

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ayten BAŞ

**POLİAMİD(NAYLON) ELYAFI BOYA FİKSATÖRÜ SENTEZİ
VE KULLANILABİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ**

KİMYA ANABİLİM DALI

ADANA-2017

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**POLİAMİD(NAYLON) ELYAFI BOYA FİKSATÖRÜ SENTEZİ VE
KULLANILABİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ**

Ayten BAŞ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KİMYA ANABİLİM DALI

Bu Tez 14/12/2017 Tarihinde Aşağıdaki Jüri Üyeleri Tarafından
Oybirliği/Oyçokluğu ile Kabul Edilmiştir.

.....
Prof. Dr. Selahattin Serin
DANIŞMAN

.....
Prof. Dr. Bilgehan Güzel
ÜYE

.....
Doç. Dr. Kasım Ocakoğlu
ÜYE

Bu Tez Enstitümüz Kimya Anabilim Dalında hazırlanmıştır.

Kod No:

**Prof. Dr. Mustafa GÖK
Enstitü Müdürü**

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

POLİAMİD(NAYLON) ELYAFI BOYA FİKSATÖRÜ SENTEZİ VE
KULLANILABİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ

Ayten BAŞ

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI

Danışman : Prof. Dr. Selahattin SERİN
Yıl: 2017, Sayfa: 65
Jüri : Prof. Dr. Selahattin SERİN
: Prof. Dr. Bilgehan GÜZEL
: Doç. Dr. Kasım OCAKOĞLU

Tekstil elyaflarından naylon 6 ve naylon 6,6 yani poliamid elyaflarının asit boya ile boyanması sonrası, boyanın kumaşa daha iyi fikse olması ve asit boya ile boyanmış olan elyafların yaş haslıklarının iyileştirilmesi çok önem taşımaktadır.

Bu çalışma kapsamında naylon yani poliamid elyaflarını fikse maddesi sentezi yapılmıştır. Naylon boyasını poliamid kumaşa fikse edecek maddeler anyonik yapıda, poliamid yüzeyini kapsayacak yeterlilikte molekül büyüklüğüne sahip, polimerik bazda ve poliamid elyaflarının azot içeren grupları ile etkileşerek, yüzeyde bir katman oluşturmakta ve boyanın kumaştan dışarıya doğru yayılımını önleyebilmektedir.

Bu kapsamda sentezlenen kimyasal fiksatörün çevre ve insan sağlığına da olumsuz etkisi olmaması çalışmada ki en önemli husus olmuştur.

Piyasada kullanılmakta olan bisphenol ve formaldehit türevleri, kanserojen ve yasaklı maddeler olduğundan bu maddelerin yerine kullanılabilir, çevreci, insan sağlığına zarar vermeyecek ve maliyeti de piyasa da kabul görececek, yeni bir madde sentezi yapılmıştır. Karboksilik asit türevleri olarak akrilik asit, maleik asit, v.b. monomerlerin polimerizasyonu ve kopolimerizasyonu ile, polimerizasyonda anyoniklik sağlayacak sodyum vinil sulfonat kimyasal maddesi kullanılmıştır. Karboksilik asit türevli polimer/kopolimer sentezlenmiş ve polimerizasyonda sodyum vinil sulfonat da kullanılarak anyonik yapıda bir ürün elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Naylon, naylon boyalar, fiksatör, haslık

ABSTRACT

MSc THESIS

NYLON (POLIAMIDE) FABRIC DYE FIXING AGENT AND EXAMINING THE USEFUL OF IT

Ayten BAŞ

**ÇUKUROVA UNIVERSITY
INSTITUTE OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES
DEPARTMENT OF CHEMISTRY**

Supervisor : Prof. Dr. Selahattin SERİN
Yıl: 2017, Sayfa: 65
Jury : Prof. Dr. Selahattin SERİN
: Prof. Dr. Bilgehan GÜZEL
: Assoc. Prof. Dr. Kasım OCAKOĞLU

After dyeing of textile fibers of nylon 6 and nylon 6.6 which are called polyamide with acid dyes, in order to get better fixation of acid dyes to polyamide fiber and to improve the wet fastness of fabric is very important.

Under this study, the synthesis of nylon fiber fixing material was carried out. The substances that fix the nylon dye to the polyamide fabric are anionic structure, with a sufficient molecule size to cover the polyamide surface, to be polymeric grade and to form a layer on the surface of polyamide fibers with the nitrogen containing groups, so it can prevent the dye to spread out from the fabric to the outside.

The most important consideration in this study is that the synthesized chemical fixator has no adverse effect on the environment and human health.

Bisphenol and formaldehyde derivatives, which are used in the market, are carcinogenic and prohibited substances, so instead of these substances a new substance is synthesized which is environmental, will not harm human health, and the cost of it is acceptable in the market. As carboxylic acid derivatives acrylic acid and maleic acid monomers are used for polymerization and copolymerization and in the polymerization, sodium vinyl sulphonate is used to provide anionic structure. Carboxylic acid derivative of polymer/copolymer materials are synthesized and by using sodium vinyl sulphonate, anionic structure type of polymer is obtained.

Key Words: Nylon, nylon dyes, fixing , fastness

GENİŞLETİLMİŞ ÖZET

Poliamid elyafı markette ve piyasa naylon adıyla bilinmektedir. Naylon elyafı hammaddesi petrol olan, kimyasal elyafların üretilmesinde öncü konumda olan, çok kullanılan ve çok çeşitleri olan bir elyaf çeşididir.

Poliamid 66 veya naylon 66 (PA 66) ilk olarak 1935 yılında DuPont tarafından geliştirilmişken, Poliamid 6 veya naylon 6 (PA 6) ilk olarak 1952'de geliştirilmiştir.

Kaprolaktam, poliamid polimerinin ana hammaddesidir.

Poliamidler, amid birimler içeren uzun zincir polimerlerdir. Bu polimerler, bir asidin amin ile polimerizasyonundan elde edilmektedir.

Naylon ismiyle bilinen sentetik poliamidler, mükemmel performans dengesi ve maliyetinden dolayı mühendislik polimerleri içinde en geniş alanda kullanılan ve birçok farklı uygulamada kullanılan polimerlerdir.

Piyasada ve tekstil sektöründe, genel olarak bakıldığında naylonun en çok kullanıldığı tekstil mamulleri; ince çoraplar, iç çamaşırı, mayo, korse, bayan elbiseleri, spor giysiler, kayak ve golf elbiseleri, içe giyilen astarlıklar, halılar, müzik aletlerinin telleri ve iplik endüstrisinde bunlara benzeyen ürünlerdir.

Naylon elyafını boyayan asit boyalar anyonik yapıda ve tamamen negatif yüke sahiptirler. Asit boyalar, pozitif yüklü olan elyafa bağlanır. Bu boyarmaddelere, asit boyarmadde adının verilmesinin nedeni, uygulamanın asidik ortamda yapılması ve hemen hepsinin organik asitlerin tuzlarından oluşmasıdır. Naylon liflerinin eşit sayıda pozitif yüklü amino ($-NH_3^+$) ve negatif yüklü karboksil ($-COO^-$) gruplarına sahip olduğu düşünülür. Boya banyosuna asit ilave etmek sureti ile ($-COO^-$) gruplarının iyonlaşması ortadan kaldırılıp, lif pozitif (+) yüklü yani katyonik hale geçirilir. Lif içine alınan boyarmadde anyonları, lifin pozitif yüklü amino gruplarına iyonik bağlarla bağlanır

Asit boyarmaddeler hem protein hem de poliamid liflerini asidik ortamda boyadığı için bu adı almış boyar maddelerdir. Molekülünde azo grubu içeren bir

renkli kısım yanında anyonik bir grup bulunur. Asit boyarmaddeleri suda çözünen anyonik yapıda boyar maddelerdir. Asit boyar maddeler poliamide asidik ortamda bağlanır. Asit boyalar naylon elyafına hidrojen, iyonik ve van der waals bağları ile bağlanırlar.

Tekstil elyaflarından naylon 6 ve naylon 6,6 yani poliamid elyaflarının asit boya ile boyanması sonrası, boyanın kumaşa daha iyi fikse olması ve asit boya ile boyanmış olan elyafın yaş haslıklarının iyileştirilmesi çok önem taşımaktadır.

Bu çalışma kapsamında naylon yani poliamid elyafı fikse maddesi sentezi yapılmıştır. Naylon boyasını fikse edecek maddeler anyonik yapıda, poliamid yüzeyini kapsayacak yeterlilikte molekül büyüklüğüne sahip, polimerik bazda ve poliamid elyafının azot içeren grupları ile etkileşerek, yüzeyde bir katman oluşturmakta ve boyanın kumaştan dışarıya doğru yayılımını önleyebilmektedir.

Bu amaçla tez kapsamında sentezlenen anyonik polimer bazlı fiksator maddenin çalışma prensibi şu şekildedir;

İyonik olarak poliamid elyafının protonlanmış amin grupları ile bağlanmakta ve elyafın yaş haslıklarını iyileştirmektedir (Yıkama haslığı, su haslığı, sürtme haslığı v.b.).

Bu kapsamda, karboksilik asitlerinin, sülfonat grupları ile polimerizasyon çalışmaları yapılmıştır.

Karboksilik asit türevleri olarak akrilik asit, maleik asit monomerlerin polimerizasyonu ve kopolimerizasyonu ile, polimerizasyon da anyoniklik sağlayacak sodyum vinil sülfonat kimyasal maddesi kullanılmıştır. Karboksilik asit türevli polimer/kopolimer sentezlenmiş ve anyonik yapıda bir ürün elde edilmiştir. Böylece poliamid elyafının yüzeyini kaplayacak büyüklükte ve özellikte, uygun molekül ağırlığına sahip yeni bir polimer sentezi yapılmıştır.

Boya ile poliamid arasında oluşan hidrojen, van der waals ve iyonik bağları çok kuvvetli bağlar olmadığından, içeriğinde karboksilik asit olan ve sülfon grubunda içeren (sülfonlanmış), anyonik yapıda uygun molekül ağırlığına sahip bir

polimer/kopolimer sentezinin, asit boyasının poliamid elyafına daha iyi fikse olması sağlanmıştır ve boyanın kumaştan dışarı yönelimi yani akması önlenebilmiştir.

Hem karboksilik asit türevleri hem de sülfon grupları, poliamid yani nylon elyafının protonlanmış amin gruplarının etkisini arttırarak, boyanın elyafa daha iyi fikse olmasını sağlamakta ve akmasını önleyebilmektedir. Yapılan boyama ve fikse işlemi sonrası fikse maddesinin etkinliği kumaşa uygulan yıkama haslıđı, su haslıđı, sürtme haslıđı ve ışık haslıđı ile test edilmiştir. Elde edilen fiksator maddesi ile işlem gören kumaşların haslıklarının gri skala kirletme skalasına göre 1-1,5 derece iyileştiđi tespit edilmiştir. Fiksator maddesi ile yapılan işlem sonrasında da kumaşta renk deđişimi olup olmadığı da gri skala renk deđişimi skalası ile test edilmiş ve kumaşta belirgin bir renk deđişiminin olmadığı ve elde edilen fiksator maddesinin kumaş rengine olumsuz bir etkisi olmadığı görülmüştür.



TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans ders alım aşamasında ve tez çalışmamın her aşamasında yardımlarını esirgemeyen ve yönlendirici fikirleri ile bana daima yol gösteren danışman hocam Sn. Prof. Dr. Selahattin Serin'e sonsuz teşekkürler.

Yüksek Lisans çalışmalarım süresince bana her türlü desteği veren, Ç.Ü. Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümünde ki tüm değerli hocalarım ve diğer öğrenci arkadaşlarıma teşekkür ederim. Yüksek Lisansını tamamlamış olan, öğrenci arkadaşlarımdan Sn. Eylül Büşra Hereytani ve doktorasını tamamlamış olan Sn. Burak Ay ve Sn. Bahar Meryemoğlu'na teşekkürlerimi özellikle sunmak isterim.

Bana her zaman destek olan kendilerinden hem ders hem de her anlamda çok şey öğrendiğim, organik ders hocam Sn.Prof. Dr. Sultan Giray'a ve inorganik hocam Sn. Prof. Dr. Bilgehan Güzel'e ayrıca teşekkür etmek istiyorum.

Yüksek Lisans çalışmalarım esnasında tüm bölüm olanaklarından yararlanmamı sağlayan Ç.Ü. Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'ne teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans tez aşamam boyunca desteklerini esirgemeyen EKSOY Kimya'ya ve çalışma arkadaşım Nurhan Kekillioğlu'na teşekkür ederim.

Yüksek lisans tez çalışmamda bana destek veren sevgili aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışmamı sevgili annem Ayşe KATAR ve sevgili babam fedakar insan Memet KATAR'a ithaf ediyorum.

İÇİNDEKİLER

SAYFA

ÖZ.....	I
ABSTRACT	II
GENİŞLETİLMİŞ ÖZET	III
TEŞEKKÜR	VII
İÇİNDEKİLER	VIII
ÇİZELGELER A	XII
ŞEKİLLERİ	XIV
SİMGELER VE KISALTMALAR	XVI
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Poliamid (Naylon) Elyafının Özellikleri	1
1.2. Naylon Elyafının Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri.....	3
1.3. Naylon 6,6	6
1.4. Naylon 6	7
1.5. Naylon Elyafının Fiksajı.....	7
1.6. Naylon Elyafının Kullanılma Sebebi.....	8
1.7. Poliamid (Naylon) Elyafını Boyayan Asit Boyalar	9
1.7.1. Antrakinon Asit Boyalar.....	11
1.7.2. Azo Asit Boyalar	11
1.7.3. Metal Kompleks Asit Boyalar	11
1.7.3.1. 1:1 Metal Kompleks Asit Boyalar	12
1.7.3.2. 1:2 Metal Kompleks Asit Boyalar	12
1.8. Asit Boyaları ve Poliamid Elyafı Arasında Oluşan Bağlar	13
1.8.1. İyonik Bağ	13
1.8.2. Van Der Waals Bağları.....	14
1.8.3. Hidrojen Bağlar	14
1.9. Naylon Boyama Sonrası Fikse Maddesi Kullanımı.....	15
1.10. Poliamid (Naylon) Boya Fiksatorü Yapısı	15

1.10.1. Sülfon Grupları	18
1.11. Fiksator ile İşlem Sonrası Test Edilen Haslık Testleri	18
1.11.1. Yıkama Haslığı	18
1.11.2. Su Haslığı	19
1.11.3. Sürtme Haslığı	19
1.11.4. Işık Haslığı.....	19
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	21
2.1. Naylon Boya Fikse Maddesi Çalışmaları	21
3. MATERYAL VE METOD	27
3.1. Materyal.....	27
3.1.1. Kullanılan Kimyasallar.....	27
3.1.2. Kullanılan Cihazlar.....	27
3.2. Metod.....	28
3.2.1. Poli Karboksilik Asit ve Sülfon Grubu ile Anyonik Polimer Eldesi	30
3.2.1.1. Maleik Asit, Akriklik Asit ve Sodyum Vinil Sülfon Sentez Reaksiyonu	30
3.2.1.2. Akriklik Asit ve Sodyum Vinil Sülfon Sentez Reaksiyonu.....	31
3.2.2. Sentez Yöntemi	32
3.2.2.1. Gel Permeation Chromatography-Jel Geçirgenlik Kromotografisi ile Molekül Ağırlığı Testi.....	32
3.2.2.2. FT-IR ile Reaksiyon Takibi	32
3.2.2.3. Anyonik Aktif Madde Tayini	32
3.2.2.4. Zeta Potansiyel Ölçümü.....	33
3.2.3. Boyama İşleminin Yapılması	33
3.2.4. Fikse İşleminin Yapılması	34
3.2.5. Fikse İşlemi Sonrası Haslık İncelemesi.....	35
3.2.5.1. Yıkama Haslığının İncelemesi.....	35
3.2.5.2. Su Haslığının İncelemesi	35
3.2.5.3. Sürtme Haslığının İncelemesi.....	36

3.2.5.4. Işık Haslığının İncelemesi	36
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	39
4.1. Gel Permeation Chromatography-Jel Geçirgenlik Kromatografisi ile Molekül Ağırlığı Testi	39
4.2. Elde Edilen Polimer Eldesinin FT-IR Spektrumda İncelenmesi	44
4.3. Elde Edilen Polimer Eldesinin % Anyonik Aktif Madde Tayininin İncelenmesi	48
4.4. Elde Edilen Polimer Eldesinin Zeta Potansiyel Değerinin İncelenmesi.....	48
4.5. Uygulamadaki Özelliklerin İncelenmesi	49
4.5.1. Naylon Boyama İşlemi	49
4.5.2. Fikse İşleminin Yapılması	50
4.5.3. Fikse İşlemi Sonrası Yıkama ve Su Haslık Özelliklerinin İncelenmesi	50
4.5.4. Reaktif Yıkama İşlemi Sonrası Sürtme ve Işık Haslık Özelliklerinin İncelenmesi.....	54
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	57
5.1. Çevreci fiksator maddesinin maliyete etkisi.....	58
5.2. Yıkama ve Su Haslık Özelliklerinde Sağlanan Avantaj	58
5.3. Sürtme ve Işık Haslık Özelliklerinde Sağlanan Avantaj	59
KAYNAKLAR	61
ÖZGEÇMİŞ	65



ÇİZELGELER DİZİNİ

SAYFA

Çizelge 4.1. Reçete 1-Maleik asit Akrilik asit ve Sodyum Vinil Sülfonat Ter Polimeri Eldesi-Molekül ağırlığı tablosu.....	40
Çizelge 4.2. Reçete 2 - Akrilik Asit Sodium Vinil Sülfonat Kopolimeri Eldesi Molekül ağırlığı tablosu.....	42
Çizelge 4.3. Colorfix Paw(muadil ürün) molekül ağırlığı tablosu.....	44
Çizelge 4.4. Boyama Reçete No 1'in Yıkama ve Su Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimleri).....	51
Çizelge 4.5. Boyama Reçete No 2'nin Yıkama ve Su Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimleri).....	52
Çizelge 4.6. Boyama Reçete No 3'ün Yıkama ve Su Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimleri).....	53
Çizelge 4.7. Boyama Reçete No 1'in Sürme ve Işık Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimlerinin incelenmesi).....	54
Çizelge 4.8. Boyama Reçete No 2'nin Sürme ve Işık Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimlerinin incelenmesi).....	55
Çizelge 4.9. Boyama Reçete No 3'ün Sürme ve Işık Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimlerinin incelenmesi).....	55



ŞEKİLLER DİZİNİ

SAYFA

Şekil 1.1.	Kaprolactam.....	5
Şekil 1.2.	Kaprolaktam Eldesi.....	5
Şekil 1.3.	Poliamid (Naylon) Eldesi.....	5
Şekil 1.4.	Kaprolaktam'dan Naylon Eldesi.....	6
Şekil 1.5.	Poliamid(Naylon).....	6
Şekil 1.6.	Naylon 66 ve Naylon 6	6
Şekil 1.7.	Anthraquinone asit boya (Asit blue 45)	12
Şekil 1.8.	Azo asit boya (Asit red 138)	13
Şekil 1.9.	Metal asit boya (Asit violet 78)	13
Şekil 1.10.	Metakrilik asit-Molar kütle: 86.09 g/mol.....	17
Şekil 1.11.	Maleik asit-Molar kütle: 116,072 g/mol	17
Şekil 1.12.	Fumarik ASİT-Molar kütle: 116,072 g/mol.....	17
Şekil 1.13.	Fumarik asit ve maleik asit	17
Şekil 1.14.	Akrilik asit-Molar kütle: 72,06 g/mol	17
Şekil 1.15.	Sodyum Vinil Sülfonat-Molar kütle: 130.1g/mol	18
Şekil 1.16.	Sodyum stiren sülfonat Molar kütle: 206.19g/mol	18
Şekil 3.1.	Reçete 1-Maleik asit Akrilik asit ve Sodyum Vinil Sülfonat Ter Polimeri Eldesi.....	30
Şekil 3.2.	Reçete 2-Akrilik Asit Sodyum Vinil Sülfonat Kopolimeri Eldesi	31
Şekil 3.3.	Naylon Boyama Prosesi.....	34
Şekil 4.1.	Reçete 1-Maleik asit Akrilik asit ve Sodyum Vinil Sülfonat Ter Polimer Eldesi-Molekül ağırlığı Grafiği	39
Şekil 4.2.	Reçete 2 -Akrilik Asit Sodyum Vinil Sülfonat Kopolimeri Eldesi Molekül ağırlığı Grafiği.....	41
Şekil 4.3.	Colorfix Paw(Muadil ürün) Molekül ağırlığı Grafiği	43
Şekil 4.4.	Akrilik Asit FT-IR Spektrum İncelemesi.....	45

Şekil 4.5.	Sodyum Vinil Sulfonat FT-IR Spektrum İncelemesi.....	45
Şekil 4.6.	Maleik Asit FT-IR Spektrum İncelemesi.....	46
Şekil 4.7.	Akrilik Asit Sodyum Vinil Sulfonat Kopolimer FT-IR Spectrumu	46
Şekil 4.8.	Akrilik Asit,Sodyum Vinil Sulfonat ve Kopolimer FTIR Spectrumu	47
Şekil 4.9.	Akrilik Asit Maleik Asit Sodyum Vinil Sulfonat Terpolimer FT-IR Spectrumu	47
Şekil 4.10.	Akrilik Asit, Maleik Asit , Sodyum Vinil Sulfonat ve sentezlenen Terpolimer FT-IR Spectrumu.....	48
Şekil 4.11.	Naylon Boyama Prosesi.....	50

SİMGELER VE KISALTMALAR

°C	: Santigrat derece
dk.	: Dakika
G	: Gram
FT-IR	: Fourier Transform Infared Spektroskopisi
N	: Normalite
M	: Molarite
Flote	: Banyo oranı
V50	: Azo bis amidopropandihidroklorik asit:
MEHQ	: Monomethyl of hydroquinone
Y	: Yün
AK	: Akrilik
PES	: Polyester
NY	: Naylon
PM	: Pamuk
AS	: Asetat
GPC	: Gel Permetation Chromotagraphy
mV	: Milivolt



1. GİRİŞ

1.1. Poliamid (Naylon) Elyafının Özellikleri

Poliamid elyafı markette ve piyasa naylon adıyla bilinmektedir. Naylon elyafı hammaddesi petrol olan, kimyasal elyafların üretilmesinde öncü konumda olan, çok kullanılan ve çok çeşitleri olan bir elyaf çeşididir. İlk kimyasal elyaf elde etme çalışmaları ve araştırmaları sırasında naylon elyafının polyester karşısında sağlamlık açısından daha ileride olması, bu elyafın polyester ve diğer kimyasal elyafların üretim çalışmaları içinde ön plana çıkmasını sağlamıştır. Naylon elyafları sektörde poliamid 6 ve poliamid 6.6 olarak ikiye ayrılmaktadır (Yılmaz ve Kanık, 2009)

Poliamid 66 veya naylon 66 (PA 66) ilk olarak 1935 yılında DuPont tarafından geliştirilmişken, Poliamid 6 veya naylon 6 (PA 6) ilk olarak 1952'de geliştirildi.

Kaprolaktam, poliamid polimerinin ana hammaddesidir (Duffield, 1968).

Poliamidler, amid birimler içeren uzun zincirli polimerlerdir. Bir polimer çeşidi olan poliamidler, bir asidin bir amin ile yapılan polimerizasyon sentezinden elde edilmektedir (Warnier ve Wolvers, 1975).

Naylon yoğunlaşma kopolimeridir ve amin ve karboksilik asit gibi eşit miktarda ki iki işlevli monomerler ile reaksiyona sokulması ile elde edilen amiddir ve bu amid her iki uçta oluşmaktadır, aynen polipeptid biyopolimerlerde ki benzer süreç gibidir.

Poliamid yani naylon'da amidler benzer bir şekilde, her monomerin her iki ucunda da bulunmaktadır. Asit ve amin gruplarından meydana gelen tekrarlanan grupların, yani monomerlerin, birbirlerine amid bağları ile bağlanmasıyla oluşan polimerler, poliamid olarak adlandırılmakta ve piyasa da naylon ismi ile bilinmektedirler. Protein, yün ve ipek gibi doğada bulunan poliamidler ve laboratuvarında üretilen naylon ve aramid gibi sentetik elyaflarda poliamid olarak adlandırılmaktadır.

Poliamidler yoğunlaşma polimerizasyonu mekanizması ile sentezlenmelerine rağmen, polikarbonat gibi poliestерlerin sentezinden farklı bir şekilde sentezlenirler. Sentezlenmelerinde ki en önemli fark, poliamid sentezinde, poliestерlerde olduğu gibi güçlü bir asit kullanılmasına gerek kalmaz, bunun nedeni ise poliamid sentezinde reaksiyon hızı zaten çok yüksektir.

Poliamidlerde ki zincir omurgasının düzenli ve simetrik yapısı, bu elyafın kolayca kristalleşmelerini sağlar. Nylon 6,6 polimeri orta derecede kristallığe sahiptir. Poliamidler amorf halde bulunan zincirler de olduğundan, yarı-kristal polimerlerdir. Normal üretimi sonrasında, %50'ye yakın kristal yapı elde edilirken, en büyük dezavantajı neme karşı direncinin düşük olmasıdır ve nemli bir ortam ile karşılaştığında, hem boyutsal hem de mekanik özelliklerinin bozulmasıdır. Hidrojen bağı, bir zincirdeki oksijen atomu ile diğer bir zincirdeki hidrojen atomunun arasında gerçekleşen bağı denilir ve hidrojen bağı kovalent bağlarla karşılaştırınca, zayıf gibi gözükmesine karşılık, hidrojen bağları zincirler arası binlerce hidrojen bağı etkisiyle toplam olarak bakıldığında, güçlü bir ikincil kuvvet teşkil ettiğinden, güçlü bir bağ meydana getirirler. Ve böylece kuvvetli hidrojen bağı etkileşimleri, polimer zincirlerinin kristalleşmesine yardımcı olur ve özellikle poliamidlerin yüksek kristal yapıya ve yüksek mekanik dayanıma sahip olmasını sağlar. Hidrojen ve oksijen atomları arasında paylaşılan elektronlar ise bu poliamid zincirlerinin birbirleri üzerine katlanmasına ve böylelikle istenen düzenli kristal yapının oluşmasını sağlar.

Ancak nemli ortamlarda poliamidlerin içerdiği bu yüksek etkileşimli hidrojen bağları bozulabilir ve bu zincirler arasında ki etkileşim yokolmaya başlar. Su moleküllerini incelediğimizde, su moleküllerinin de poliamid zincirleri gibi polar (kutuplu) bir yapıya sahip olduğu görülür. Dolayısıyla poliamid zincirlerinin arasına giren su molekülleri, zincirler arasındaki etkileşimi bozmaya başlar ve zincirlerin hareketliliğini artırır. Su molekülleri etkileşimi bozar ancak poliamid su içinde çözünemez; böylelikle su, poliamidleri plastikleştirerek şişirir ve yumuşamasına sebep olur. Bu yüzden de poliamidler nemli ortamlarda mekanik ve

boyutsal olarak yani yapısal olarak bozulmaya başlarlar. Erime sıcaklıklarına bakıldığında, naylon 6 daha düşük erime noktasına sahiptir ve erime sıcaklığı 223°C'dir. Naylon 6,6'nın ise erime sıcaklığı daha yüksektir ve 255°C civarındadır. Poliamidler doğal ve sentetik olarak ikiye ayrılmaktadır. Sentetik poliamidleri oluşturan kimyasal bağlara "amit bağları" denirken, doğal poliamid polimerlerini oluşturan aynı bağlara ise "peptid bağı" ismi verilmektedir. Her iki bağ da kimyasal olarak aynı bağ olmasına ve bağlanmanın sonunda her iki durumda da amid grubu oluşmasına rağmen farklı terimlerin kullanımı görülmektedir.

1.2. Naylon Elyafının Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

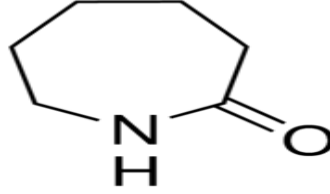
Poliamid 6 ve poliamid 6.6'nın özellikleri incelendiğinde, birkaç farklılık dışında, her iki çeşidinde özellikleri hemen hemen aynıdır ve poliamid 6 ve poliamid 6.6 elyafı birbirlerinin yerine rahatlıkla kullanılabilir. Naylon elyafının yüzeyinde pürüz bulunmamaktadır ve yapısı genel olarak silindiriktir. Poliamid 6.6'nın yumuşama noktası 230°C iken erime noktası ise 255°C'dir. Poliamid 6'nın ise yumuşama noktası 170°C iken erime noktası ise 223°C'dir. Yani Poliamid 6 elyafı daha düşük sıcaklıkta erimektedir. Böyle olmasına karşı boyalara karşı ilgisi daha yüksektir. Ayrıca mukavemet açısından kopma mukavemeti poliamid 6'nın daha yüksektir. Ütülenme sıcaklıkları her iki tipinde 160°C civarındadır. Hem poliamid 6 hem de poliamid 6.6'nın özgül ağırlıkları yani yoğunlukları 1.14-1.15 gr/cm³'tür.

Poliamid yani naylon elyafı çok uzun ömürlüdür, uzun yıllar kullanılabilir ve çok hafif bir elyaf türüdür. Sağlamlığı ve nem itme özelliği germe derecesine bağlı olarak, diğer kimyasal elyaflar arasında en yüksek olanıdır. Diğer kullanım özelliklerine bakıldığında poliamid elyafı çok esnektir, dökümlüdür, rahatlıkla kuru temizlenebilir veya yıkanabilir, kırılmaz. Aynı zamanda ipeğimsi bir tutuma sahiptir. Çok fazla nem çekme özelliği olmadığından hidrofobik bir yapıya sahiptir ve nem çekme değeri %3,5-5 aralığındadır. Ancak poliamid elyafında statik elektriklenme çok düşük de olsa meydana gelebilmektedir. Boncuklanma problemi

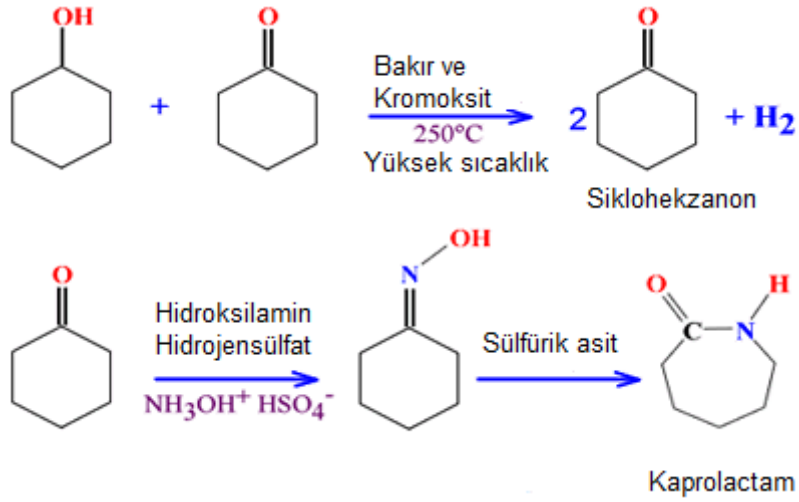
polyester elyaf ile karşılaştırıldığında, çok daha daha düşüktür. Poliamid elyafı normal koşullarda, filament olarak üretilmesine rağmen, istenilen boylarda kesilerek kesikli elyaf elde edilir ve bu şekilde de kullanılabilir. Naylon elyafı asitlere karşı çok fazla dayanıklı değildir. Özellikle yüksek sıcaklıklarda asitlere dayanımı daha da düşüktür. Kuvvetli anorganik asitler soğukta bile naylonu zarar vererek, makro moleküllerin parçalanmasına yol açarlar. Poliamid 6 ve poliamid 6.6 elyafının asitteki dayanımları birbirinden daha farklıdır. Poliamid 6.6 asitlere daha dayanıklıdır, poliamid 6 daha dayanıksızdır. Asit dayanımlarına göre test edildiklerinde, 10°C'deki %60'lık asetik asit veya 55°C'de %60'lık formik asit içerisinde poliamid 6 elyafı çözülürken, poliamid 6.6 çözülmemektedir. Bu asit içerisinde ki farklı davranışlarından dolayı, poliamid elyafının poliamid 6 mı ya da poliamid 6.6 mı olduğu ile ilgili ayırım rahatlıkla yapılabilmektedir.

Baz ortamlarda naylon elyafı bazlara karşı çok dayanıklıdır. Soğukta, çok derişik kuvvetli baz çözeltilerinde bile fazla etkilenmezler. Mukavemeti çok yüksektir ve %10'luk sodyum hidroksit çözeltisinde, 85°C'de, 16 saat işlem gören naylon elyafında, yalnızca %5'lik bir kopma dayanımı düşmesi olduğu görülür. Sıcakta bile bazlara dayanıklıdır. Ancak çok yüksek sıcaklıklarda bazlardan zarar görebilirler. Sıcaklık 90°C'yi geçmiyorsa, naylon elyafı zarar görmez, ancak 120°C'yi aşan sıcaklıklarda, özellikle maruz kaldıkları süre uzadıkça sararmaya ve renk değiştirmeye başlarlar. Örneğin 150°C'de 5 saat kalırsa hafifçe sararır. Naylon, güneş ışığına da polyester ve akrilik gibi dayanıklı değildir. Bu sebeple, perde, tül ve güneşlik gibi direkt güneş ışığının etkilediği tekstil ürünlerinde de kullanılması önerilmemektedir.

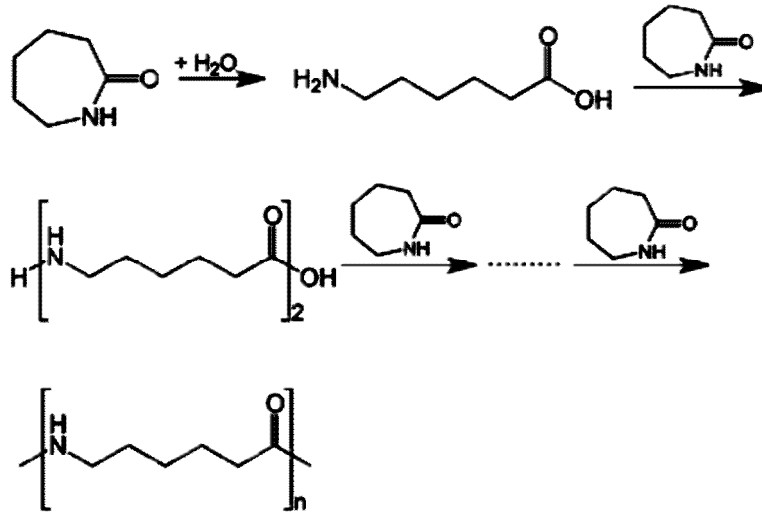
Piyasa da ve tekstil sektöründe, genel olarak bakıldığında naylonun en çok kullanıldığı tekstil mamulleri; ince çoraplar, iç çamaşırı, mayo, korse, bayan elbiseleri, spor giysiler, kayak ve golf elbiseleri, içe giyilen astarlıklar, halı ve bunlara benzeyen ürünlerdir.



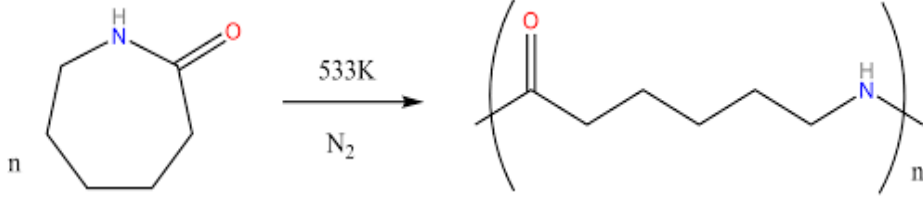
Şekil 1.1. Kaprolactam



Şekil 1.2. Kaprolaktam Eldesi



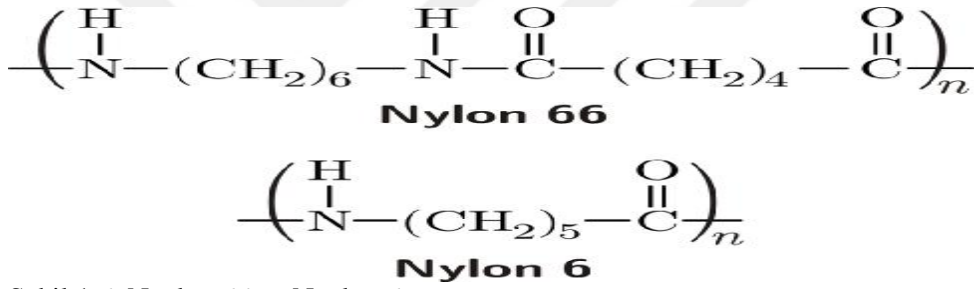
Şekil 1.3. Poliamid (Naylon) Eldesi



Şekil 1.4. Kaprolaktam'dan Naylon Eldesi



Şekil 1.5. Poliamid(Naylon)



Şekil 1.6. Naylon 66 ve Naylon 6

1.3. Naylon 6,6

Poliamid 6.6 (PA 66), adipik asidin heksametilendiamin ile polikondenzasyon reaksiyonundan elde edilir. Aşağıda ki gruplardan oluşur.

- Amid grupları
- Karboksilik asit grupları
- Amino bitiş grupları
- Amido bitiş grupları

Naylonların en yüksek erime sıcaklığına sahip olanı PA 66 dır.

1.4. Naylon 6

Kaprolaktam'ın polikonsenzasyonu ile elde edilen bir üründür. Aşağıda ki gruplardan oluşur.

- Karboksilik asit grupları
- Amino bitiş grupları
- Amid grupları

1.5. Naylon Elyafının Fiksajı

Termofiksaj sentetik elyaflara sıcaklık ile uygulanan bir fikse işlemidir ve termofiksaj işleminin amacı elyaf elde edilme aşamasında, elyafların başlangıç boylarının birkaç katına kadar uzatılmasıyla meydana gelen elyaf içi gerilimlerin yok edilmesidir. Polyester kumaşta da aynı mantık ile termofiksaj işlemi mutlaka yapılmaktadır. Eğer termofiksaj yapılmaz ise, yıkama ve terbiye işlemlerinde elyaflarda büzülme meydana gelmektedir. Termofiksaj sırasında makro molekülleri birbirine bağlamakta olan köprü bağları bir an için kopar veya çok gevşer, daha sonra ise gerilimsiz bir şekilde bağlanarak tekrar oluşur. Köprü bağlarının koparılması veya gevşetilmesi yani termofiksaj işlemi ancak sıcak hava, buhar veya sıcak su ile sağlanabilir.

Termofiksaj işlemi sırasında, o an için elyaflar arasında ki köprü bağları koptuğundan, elyaflar büzülme isteklerini yerine getirmiş olurlar ve bu büzülme sırasında, naylon kumaşlara istenilen en ve boy ayarı istenildiği gibi yapılabilir. Daha sonra sıcaklık ortadan kalkıp, elyafta soğuma başlayınca bağlar tekrar oluşmaya başlar ve istenilen en ve boyaya göre kumaş fikselenmiş yani sabitlenmiş olur. Mamulün tutumu yani yumuşak ya da sert olması, uygulanan fiksaj metoduna göre değişir. Örneğin, sıcak hava ile yapılan fiksaj sonrası sert bir tutum elde edilirken, sıcak su ile yapılan fiksaj sonrası yumuşak bir tutum elde edilir. Sıcak buharla elde edilen tutum etkisi ise ne sert ne de yumuşaktır, ikisinin arasında olan

orta bir tutumdadır. Sıcak hava ile uygulanan termofiksaj işlemi, ram veya termofiksaj makinelerinde yapılmaktadır. Naylon elyafı için genellikle 160-180°C'de 3-15 saniyelik bir termofiksaj yeterli olmaktadır. Uygulanan sıcaklık ve süre değerleri; mamulün yapısı, elyafın cinsi ve uygulama cihazına göre değişiklik gösterebilir. Her firma kendi koşullarına göre bunları belirlemektedir.

1.6. Naylon Elyafının Kullanılma Sebebi

Naylon elyafı, dokuma sırasında (değişik örgülerle) pamukla birleştirilerek dokunmuş, ancak bu dokuma sırasında naylon elyafı iç kısımda dururken pamuk olan kısmın ise dışta kalması sağlanmıştır. Böylece iç kısımda bulunan naylon insan cildine daha yakın durmakta ve insan cildinden oluşan nemi yani suyu dış kısımda duran pamuğa doğru iterek bir kurutma kağıdı gibi işlev görmekte ve böylece kullanıcının cildini kuru tutmaktadır, terlemeyi engellemektedir. Aktif spor giyim için bu değişiklik, doğal elyaflar ile yapılan spor kıyafetlerine göre çok ciddi bir avantaj sağlamaktadır. Çünkü doğal elyaflar ağır egzersizlerden sonra ıslak ve yapışkan bir hale gelmektedir. Daha ince filamentli elyaflar ile, cildi sıcak tutan, yün gibi yumuşak bir doku elde edebilmek için kumaş hafifçe fırçalanarak, yüksek performanslı iç giyim ürünleri geliştirilmiştir. İnce filamentler çok daha yumuşak olduğu için bu şekilde elde edilebilen naylon kumaşlar, aynı zamanda golf ve kayak kıyafetleri üretiminde de çok önemli bir yere sahiptir.

Ticari olarak naylon elyafı başarıya ulaşan ilk sentetik polimerdir. Bu nedenle naylon polimer endüstrisinde, tarihi açıdan önemli bir yere sahiptir.

Poliamidler, mükemmel performans dengesi ve maliyetinden dolayı mühendislik polimerleri içinde en geniş uygulama alanında kullanılabilen polimerler arasındadır (Yılmaz ve Kanık, 2009). Poliamid elyafının kullanım alanlarına bakıldığında, halı ve spor, kayak, iç çamaşırı, mayo yani giyim gibi tekstil endüstrisinde, müzik aletlerinin çalgı tellerinde ve örgü halat dahil tüm iplik endüstrisinde kullanımı oldukça fazladır. Poliamidler çoğunlukla elyaf olarak üretilmektedirler. Poliamidlerin en belirgin ve en önemli özellikleri; yıpranmaya ve

aşınmaya karşı dirençli olmalarıdır. Yüksek sıcaklıklarda bile iyi mekanik özelliklere sahiptirler ve düşük gaz geçirgenliğine sahip olmaları ve kimyasallara karşı dirençli olmaları da diğer bir avantajlı özellikleri arasında yer almaktadır.

1.7. Poliamid (Naylon) Elyafını Boyayan Asit Boyalar

Asit boyalar anyonik boyarmaddelerdir ve tamamen negatif yüke sahiptirler. Bu boyaları mıknatısın güney kısmı olarak düşünebiliriz. Bu nedenle asit boyalar, pozitif yüklü olan elyafa bağlanır ve mıknatısın kuzey ucu gibi düşünülebilir. Asit boyanın “güney mıknatıs” etkisini etkileyen, bir sürü seçenek vardır. Bazı boyalar daha güçlü bazı boyalar ise daha zayıf bir mıknatıs etkiye sahiptir.

Tüm asit boyalarında, bir ya da birden fazla sülfon yani $-\text{SO}_3$ grubu bulunmaktadır. Bu kısım boyanın güney mıknatıs ucu olarak görev yapmaktadır.

Genel formülleri $\text{BM-SO}_3\text{Na}$ (BM: boyarmadde, renkli kısım) şeklinde yazılabilen asit boyarmaddeler, molekülde bir veya birden fazla $-\text{SO}_3\text{H}$ sülfonik grubu veya $-\text{COOH}$ asit grubu içerirler (Hussain, 2012). Bu grubun pK değeri 1-2 arasında olup kuvvetli asidiktir ve tuzları hidroliz olmaz. Boyar kısım anyonik yüklüdür ve bu anyonların elyafa ilgileri asit anyonlarından fazla olduğu için, asit anyonlarını elyaftan ayırarak bağlanır.

Bu boyarmaddelere, asit boyarmaddeler verilmesinin nedeni, uygulamanın asidik ortamda yapılması ve hemen hepsinin organik asitlerin tuzlarından oluşmasıdır.

Naylon liflerinin eşit sayıda pozitif yüklü amino ($-\text{NH}_3^+$) ve negatif yüklü karboksil ($-\text{COO}^-$) gruplarına sahip olduğu düşünülür. Boya banyosuna asit ilave etmek sureti ile ($-\text{COO}^-$) gruplarının iyonlaşması ortadan kaldırılıp, lif pozitif (+) yüklü yani katyonik hale geçirilir. Lif içine alınan boyarmadde anyonları, lifin pozitif yüklü amino gruplarına iyonik bağlarla bağlanır.

Asit boyarmaddeler kimyasal yapıları bakımından anyonik boyarmaddeler grubuna girer. Sülfonik asit grubu içeren direkt, metal kompleks ve reaktif

boyarmaddelerde anyonik yapıdadır; fakat farklı yöntemler ile boyama yaptıklarından asit boyarmaddeler sınıfına girmezler.

Asit boyarmaddeler ile elyaf ilişkisi iyonik bağ şeklindedir. pH 3.0- 4.5 de boya bağlanmasını sağlanması için, boyama banyosuna, genellikle formik asit ya da asetik asit verilir. Asit boyalar ile duru tonlarda parlak boyamalar elde edilir.

Asit boyarmaddeler, protein ve poliamid lifleri asidik ortamda boyadığı için bu adı almış boyar maddelerdir (Remington, 1950). Molekülünde azo grubu içeren bir renkli kısım ve renkli kısım ile birlikte anyonik bir grup içerir. Anyonik asit boyarmaddeleri suda çözünen boyar maddelerdir. Asit boyar maddeler poliamide asidik ortamda bağlanır. Bu boyar maddelerin önemli diğer bir özelliği de yün elyafını da poliamid elyafı ile aynı koşullarda boyamasıdır. Yün ve poliamid elyaflarının boyanmasında ki önemli farklılık yün ağırlığının %30'u kadar asit boyar maddeyi alıp bağlayabilirken poliamid lifleri ancak ağırlıklarının %1-5'i kadar asit boyar maddesini bağlayabilmektedir. Amino grup sayısı poliamid liflerinde yün elyafa göre çok daha az olduğundan iki lif arasındaki doygunluk değeri farklı olmaktadır. Poliamidin boyanmasında kullanılan asit boyar maddeler, monosülfonat (büyük moleküllü boyar maddeler) ve disülfonat (küçük moleküllü boyar maddeler) gibi boyar maddelerdir. Molekülünde bir tane sülfonat grubu bulunan asit boyar maddelere monosülfonat tipi asit boyar maddeler, iki tane sülfonat grubu bulunan asit boyar maddelere disülfonat tipi asit boyar maddeler denir. Her iki grubun farklarına bakılacak olursa, boyama sırasında monosülfonat tipi boyar madde poliamidin bir amino grubu ile bağ yaparken, disülfonat tipi boyar maddeler ise iki amino grubu ile bağ yapmaktadır. Böylece disülfonat tipi boyar maddelerle daha az sayıda amino grubu bağlanacak ve elyafa bağlanan boyar madde miktarı daha az olacaktır. Bu nedenle koyu renklerin boyanmasında monosülfonat tipi boyar maddeler tercih edilir. Boyar madde molekülleri ne kadar büyükse poliamide ilgisi o kadar fazla olur. Bu nedenle kombinasyon boyamalarda büyük ve küçük moleküllü boyar maddelerle boyama yapılırsa afinite yani elyafa olan ilgi farklılığından dolayı çekim yani elyafa bağlanma sorunları yaşanabilir.

Çünkü elyafa ilgisi yüksek olan büyük moleküllü küçük moleküllerin çekim hızlarını düşüreceğinden ve küçük moleküllü banyoda kalacağından istenen rengi tutturmak çok zor olur. Düzgün bir boyama için boyama banyosuna egalize maddesi ilave edilirse elyafa önce bu madde bağlanır, boyar maddenin çekimini geciktirir böylece küçük ve büyük moleküllü boyar maddeler yavaş ve düzgün olarak çekilir. Düzgün ve tekrarlanabilir boyamalar için büyük moleküllü boyar maddelerle küçük moleküllü boyar maddelerin kombinasyonundan uzak durmak gerekmektedir. Bu tip problemlerle karşılaşmamak için, boyar madde üretici firmaları, poliamid elyaflarının boyanmasında kullanılan asit boyar maddelerin hangileri olduğunu ve birbirleriyle nasıl kombine edilebileceğini, hangi boya grubunun hangisi ile kullanılabilirliğini, açık, orta, koyu ve diğer özel renklerde hangi boyar maddeleri kullanılacaklarını bu boyar maddeler ile ilgili hazırlanmış oldukları teknik kataloglarında belirtmişlerdir.

Asit boyalar genel anlamda kimyasal yapı bakımından 3 gruba ayrılmaktadırlar;

1.7.1. Antrakinon Asit Boyalar

Çoğu mavi boyanın yapısı antrakinondur. Şekil 1.7' de örnek bir yapı verilmiştir.

1.7.2. Azo Asit Boyalar

Azobenzene, Fenil-N=N-Fenil yapısındadırlar. Şekil 1.8'de de örnek bir yapı verilmiştir.

1.7.3. Metal Kompleks Asit Boyalar

Şekil 1.9'da de örnek bir yapı verilmiştir.2 sınıfa ayrılmaktadırlar.

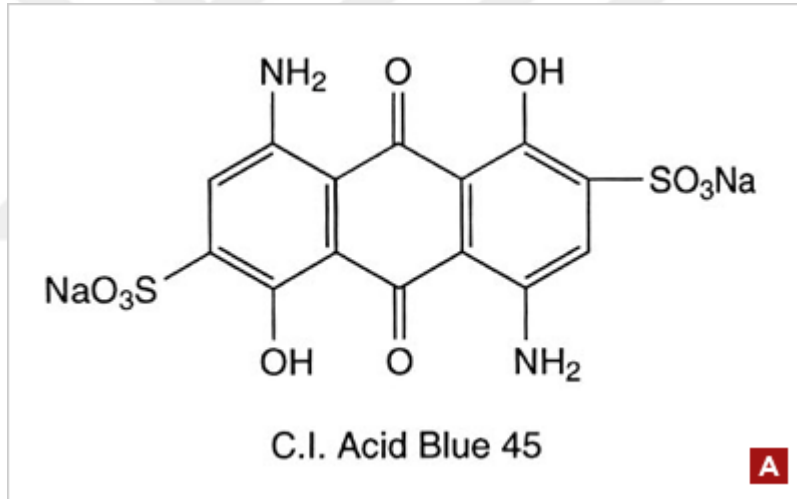
1.7.3.1. 1:1 Metal Kompleks Asit Boyalar

Bir tane boya molekülü, tek bir metal atomu ile kompleks bir yapı halindedir (Akram ve arkadaşları, 2012).

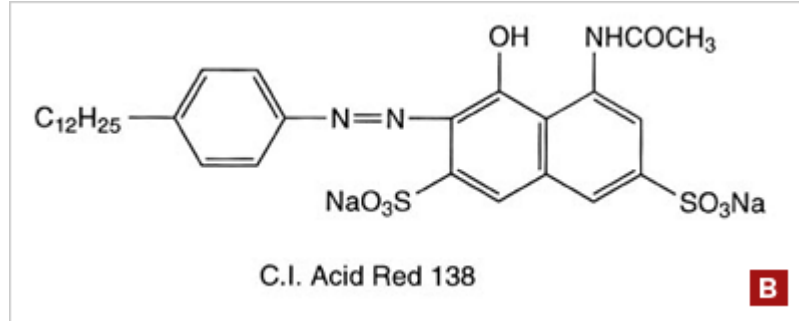
1.7.3.2. 1:2 Metal Kompleks Asit Boyalar

İki tane boya molekülü, bir tane metal atomu ile kompleks bir yapı halindedir (Akram ve arkadaşları, 2012).

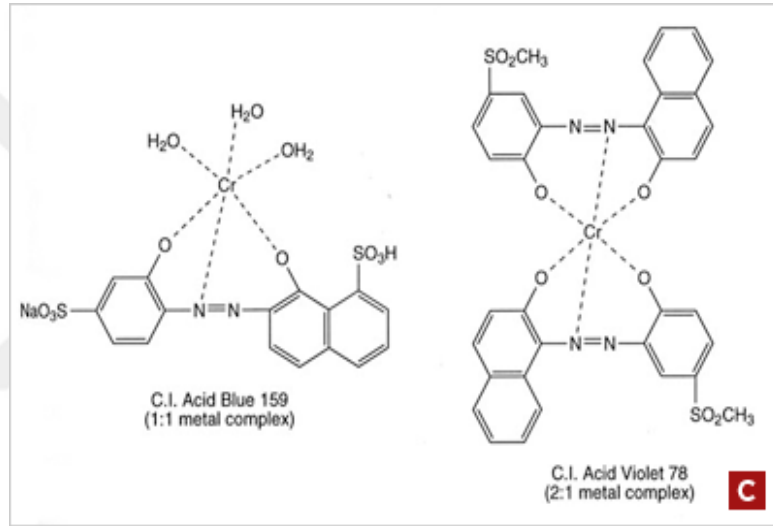
Boya molekülü mono azo yapıdadır ve krom kobalt gibi geçiş elementleri ile güçlü koordinasyon kompleksleri oluşturabilen hidroksil, karboksil ve amino gibi gruplar içermektedir.



Şekil 1.7. Anthraquinone asit boya (Asit blue 45)



Şekil 1.8. Azo asit boya (Asit red 138)



Şekil 1.9. Metal asit boya (Asit violet 78)

1.8. Asit Boyaları ve Poliamid Elyafı Arasında Oluşan Bağlar

1.8.1. İyonik Bağ

Farklı yükte ki moleküller arasında oluşan bağıdır. Eğer iki tane molekül farklı yükte ise, iki magnet gibi birbirlerini çekeceklerdir. Zıt yüklü iyonlar arasındaki elektrostatik kuvvetlere dayanan bir kimyasal bağ türüdür. İyonik bağlanma yalnızca, bağlanmış atomlar serbest olanlardan daha düşük enerjiye sahip olduklarında ve reaksiyonun toplam enerji değişimi, reaksiyonun gerçekleşmesi yönünde ise meydana gelir. Toplam enerji değişimi ne kadar büyükse, bağ o kadar

güçlüdür. Tüm iyonik bağlar bir tür kovalent ya da metalik bağ özelliği taşırlar. İki atom arasındaki elektronegatiflik farkı ne kadar büyükse bağ da o kadar iyoniktir.

1.8.2. Van Der Waals Bağları

Mini iyonik etkileşimler gibidir. Bütün olarak magnetik etkileşim yerine, birbirinin küçük bir etkileşimidir. Moleküller arasındaki (veya aynı molekül parçalarının arasındaki) çekici veya itici güçlerin toplamıdır.

Atom çekirdeği etrafında dolanan elektronların simetrisinin bir anlık bozulmasıyla anlık dipoller oluşur. Oluşan anlık dipoller komşu molekülü de etkiler ve diğer molekülün de elektron simetrisi bozulur. Oluşan bu anlık dipoller arasındaki etkileşime " zayıf van der waals etkileşimi " denir. Moleküldeki anlık dipollerin zaman içindeki ortalaması sıfırdır ve molekül bu yüzden kutuplu yapıya sahip olmaz. Van der waals etkileşimi elektron hareketiyle alakalı olduğundan; bir molekülde molekül kütlesi arttıkça artar. Ayrıca temas yüzeyi arttıkça da van der waals etkileşimi artmaktadır.

Van der waals bağları moleküller veya atom gruplarını zayıf elektrostatik çekimlerle birbirine bağlayan bağlardır. Van der waals bağları ikincil bir bağlardır, ancak molekül içindeki atomlar veya atom grupları kuvvetli kovalent veya iyonik bağlar ile bağlanırlar. Yani van der waals bağları kırıldığında moleküller arasındaki boşluklar artacak ancak molekül yapısı bozulmayacaktır.

1.8.3. Hidrojen Bağlar

İyonik bağlardan zayıf ancak van der waals bağlarından güçlü olan bağlardır. Aynı mantıktadır ancak özelde hidrojen bağlarını içerir. Yapılarında —OH grubu içeren moleküllerde hidrojen bağı denilen, zayıf-orta kuvvette bir bağ bulunur. Elektronegatifliği yüksek bir atoma kovalent bağlı bir hidrojen atomu ile elektronegatifliği az olan bir atomun bağ yapmamış elektronları arasındaki bağa hidrojen bağı denir. Hidrojen bağı, bir molekül oksijen, azot veya flor gibi elektronegatif bir atoma bağlı hidrojenin kısmi artı yükü yüklenmesi sonucu, başka

veya aynı moleküldeki elektronegatif atom ile yaptığı kuvvetli bağıdır. Van der waals kuvvetinden güçlü olmasına karşın, tipik hidrojen bağı iyonik bağ ve kovalent bağdan daha güçsüzdür. Proteinler ve nükleik asitler gibi makro moleküller içinde, aynı molekülün iki parçası arasında var olabilir. Hidrojen bağı ismi, bağı bir hidrojen atomunu kapsamamasından gelir. Genelde bağ, hidrojenin flor, oksijen ve azot gibi elektronegatifliği yüksek atomlarla yapmış olduğu kuvvetli bir etkileşim türüdür. Sadece F, O, N ile H atomu arasında oluşabilir. Eğer hidrojen bağı atomu iki atom arasında ortak kullanılıyor ise meydana gelen iki molekül arasındaki zayıf bir bağıdır.

Hidrojen bağları genellikle oksijen ve azot gibi negatif elektrik yüklü atomlarla diğer bir negatif yüklü atomlara kovalent olarak bağlanmış hidrojen atomları arasında oluşan bağlardır. Dipol dipol etkileşmesinin kimyadaki en bariz örneğini teşkil eder.

1.9. Naylon Boyama Sonrası Fikse Maddesi Kullanımı

Tekstil elyaflarından naylon 6 ve naylon 6,6 yani poliamid elyaflarının asit boyaları ile boyanması sonrası, boyanın kumaşa daha iyi fikse olması ve asit boyaları ile boyanmış olan elyafın yaş haslıklarının iyileştirilmesi çok önem taşımaktadır.

Bu çalışma kapsamında naylon yani poliamid elyafı fikse maddesi sentezi yapılmıştır. Naylon boyasını fikse edecek maddeler anyonik yapıda, poliamid yüzeyini kapsayacak yeterlilikte molekül büyüklüğüne sahip, polimerik bazda ve poliamid elyafının azot içeren grupları ile etkileşerek, yüzeyde bir katman oluşturmakta ve boyanın kumaştan dışarıya doğru yayılımını önleyebilmektedir. (Moss, Sargent, Williams, 1991).

1.10. Poliamid (Naylon) Boya Fiksatörü Yapısı

Anyonik gruplu naylon fiksatör maddelerle, uygulama sonrası, haslıklar 1-2 birim yükseltilebilir.

Bu amaçla tarafımızdan sentezlenen anyonik polimer bazlı fiksator maddesinin çalışma prensibi şu şekildedir;

İyonik olarak poliamid elyafının protonlanmış amin grupları ile bağlanmakta ve elyafın yaş haslıklarını iyileştirmektedir (Yıkama haslığı, su haslığı, sürtme haslığı v.b.). Işık haslığına da olumsuz bir etkisinin olmaması istenmektedir.

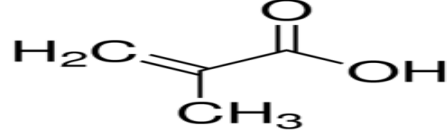
Bu kapsamda, polikarboksilik asitlerinin (Sargent, Williams, 1993), sülfonat grupları ile polimerizasyon çalışmaları yapılmıştır.

Karboksilik asit türevleri olarak akrilik asit, maleik asit, v.b. monomerlerin polimerizasyonu ve/veya kopolimerizasyonu ile (Gale, 1972), polimerizasyon da anyoniklik sağlayacak sodyum vinil sülfonat kimyasal maddesi kullanılmıştır. Karboksilik asit türevli polimer/kopolimer sentezlenmiş ve anyonik yapıda bir ürün elde edilmiştir, böylece poliamid elyafının yüzeyini kaplayacak büyüklükte ve özellikte, uygun molekül ağırlığına sahip yeni bir polimer sentezi yapılmıştır.

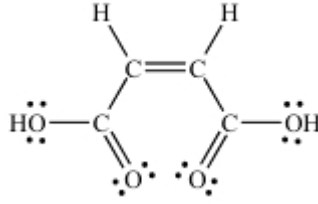
Boya ile poliamid arasında ki oluşan hidrojen, van der vaals ve iyonik bağları çok kuvvetli bağlar olmadığından, içeriğinde karboksilik asit olan ve sülfon grubunda içeren (sülfonlanmış), anyonik yapıda uygun molekül ağırlığına sahip bir polimer/kopolimer sentezinin, asit boyasının poliamid elyafına daha iyi fikse olması sağlanmıştır ve boyanın kumaştan dışarı yönelimi yani akması önlenmiştir.

Hem karboksilik asit türevleri hemde sülfon grupları, poliamid yani nylon elyafının protonlanmış amin gruplarının etkisini azaltarak, boyanın elyafa daha iyi fikse olmasını sağlamakta ve akmasını önleyebilmektedir.

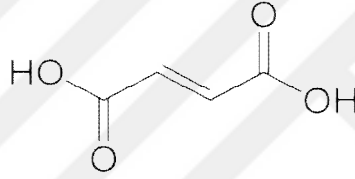
Kirlenmeye karşı direnç aktivitesi yüksek olması gereken fiksator maddesinin kondense polimeri, mutlaka uygun bir sülfonat grubunda içermektedir.



Şekil 1.10. Metakrilik asit-Molar kütle: 86.09 g/mol



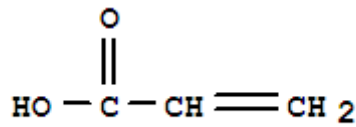
Şekil 1.11. Maleik asit-Molar kütle: 116,072 g/mol



Şekil 1.12. Fumarik ASİT-Molar kütle: 116,072 g/mol



Şekil 1.13. Fumarik asit ve maleik asit

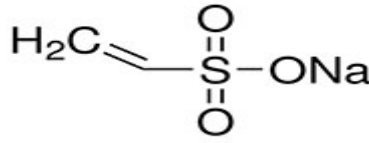


Şekil 1.14. Akrilik asit-Molar kütle: 72,06 g/mol

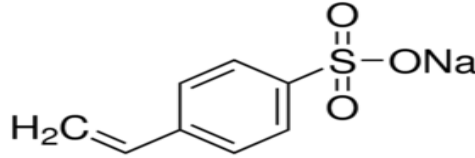
1.10.1. Sülfon Grupları

Sülfon gruplarının çözünürlük, hidrofillik yani su sevme özelliği, çekim gücünü artırma özelliği yağ ve kirleri bünyesine alma özelliği, kompleksleme ve temizleme özelliği bulunmaktadır (Akyıldız, 2011). Ayrıca anyonik iyon yapısından dolayı, poliamid amin grupları ile bağ yaparak, yüzeyde kaplama yapabilecek ve zayıf bağlarla kumaşa bağlı olan asit boyalarının kumaş içerisinden çıkmasını engelleyebilecektir.

Polimerin sülfon grubu içermeleri gerektiğinden, aşağıda verilen sülfonik asit grubu içeren monomerler seçilmiştir.



Şekil 1.15. Sodyum Vinil Sülfonat-Molar kütle: 130.1g/mol



Şekil 1.16. Sodyum stiren sülfonat Molar kütle: 206.19g/mol

1.11. Fiksator ile İşlem Sonrası Test Edilen Haslık Testleri

1.11.1. Yıkama Haslığı

Renklendirilmiş tekstillerin yıkamaya karşı direncini ifade eden haslık testidir. Tekstil materyallerinin kullanım eşyası olarak, çok çeşitli yıkama tiplerine maruz kalması göz önüne alınarak, geniş bir yıkama işlemi uygulanmalıdır. Yıkama testlerinde tüm yıkama testlerinde değerlendirilecek özellikler arasında; yıkama işleminin boyanmış mamulün rengine etkisi ve boyanmış materyalden akan

boyanın refakat bezi yani beyaz kumaşı kirletmesidir. Yıkama haslık testi için Marks& Spencer C4A, 60°C’de 30 dakika metodu uygulanmaktadır.

1.11.2. Su Haslığı

Boyanmış tekstil mamulünün normal ortam sıcaklığında belirli miktar su içinde bekletilmeye karşı dayanımının derecesidir. Testte boyanmış kumaş ile refakat bezi ya da multifiber kumaş adı verilen farklı kumaş tiplerini içeren kumaş, suda belli bir süre ağırlık altında bekletilir, süzdürülür ve üzerinde ağırlık olan petri dish kabı ile etüvde 37C’de 4 saat bekletilir. Burada refakat bezi ya da multifiber kumaşta boyanın kirletmesi incelenir. Su haslığı testi için Marks&Spencer C6 metodu uygulanmaktadır.

1.11.3. Sürtme Haslığı

Sürtme haslığı, tekstil materyalinin sürtünmeyle rengini atma direnci; bir kumaşın temas halde bulunduğu başka bir kumaşa rengini transfer etmeye yani boyasını ona geçirmeye karşı olan direncidir. Yaş ve kuru halde olmak üzere test edilir. Sürtünme haslığı bize boyarmaddenin life bağlanma şeklini gösterir, eğer yıkama işlemlerinde hidroliz olmuş boya giderilememiş ise kumaş üzerinde bulunan hidrolizatlar sürtme etkisine karşı direnç gösteremezler. Sürtme haslığı Marks& Spencer C8 standart testine göre yapılmaktadır.

1.11.4. Işık Haslığı

Işığın renk giderme etkisine karşı, boyanmış tekstil materyalinin direnç derecesidir. Gün ışığına maruz kalan boyalı materyaller, zamanla solacak ya da renk değiştirecektir. Bu özellik ışık haslığı olarak adlandırılmaktadır. Uzun süreli stoklama ya da konfeksiyon şeklinde sunumda olan tekstil materyalleri ışık altında renk değiştirmektedirler, diğer açıdan kullanım sırasında güneş ışığıyla bile renk değiştiren tekstil materyalleri bulunmakta ve firmaların yurtdışı açılımlarında bu tarz ürünler girmemektedirler. Işık haslığı ISO 105 B02 ile yapılmaktadır.



2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

2.1. Naylon Boya Fikse Maddesi Çalışmaları

Piyasada var olan poliamid fiksator maddelerin yaygın yapısı aşağıda verilmektedir;

Aromatik sülfonik asit formaldehit kondense ürünleri.

Sülfonlanmış naftol formaldehit kondense ürünleri (Sülfonlanmış anyonik polimer).

Sülfonlanmış fenol-formaldehit kondense ürünleri.

Sodyum 2(4-(4,6-dikloro-1,2,3-triazib-2-ylamino)fenil sülfonil ethan sulfonat.

Formaldehit kondense polimeri ve sodyum naftelen sülfonat ve 4,4 dihidroksi difenil sülfon kopolimeri.

European patent application EP 1 096 058 A2 nolu patentte Naitou Yuki ve Midori Koji tarafından (2001), dihidroksidifenilsulfon ve formaldehit ile fenolsulfonik asit tuzları, fenol sülfonik asit, bisfenol sülfonik asit, bisfenol A metilsulfonik asit, fenol dioksibenzen, fenilfenol, formaldehit ve fenolün polikondenzasyon ürünü, fenolik hidroksil gruplu formaldehit kondensasyonu ile yapılan çalışmaları ile ilgili bilgiler verilmiştir.

United states patent 5,314,504 nolu patentte Winfried T. Holfeld ve Dale E. Mancoso tarafından (1994) aromatik sülfonik asit ve formaldehit ile yapılan fiksator maddeler tanıtılmıştır. Ayrıca yine sülfonlanmış naftol formaldehit kondenzasyon polimerlerinin işlevleri anlatılarak yapılacak formülasyonlar hakkında bilgiler verilmiştir. Sülfonlanmış fenol formaldehit kondenzasyon ürünleri anlatılmıştır. Formaldehit, sodyum naftelen sulfonat ve 4,4' dihidroksidifenil kondenzasyonu için yapılan çalışmalar görülmüştür. Naylon yani poliamid kumaşlarında yaş haslıkları iyileştirmek için anyonik boya fikse maddelerinin kullanılması gerektiği

anlatılmıştır. Boya fiksator maddesinin, naylon boyama sonrası kullanılma mekanizması ayrıntılı olarak izah edilmiştir. Bu patentte ayrıca yine maleik asit ve fumarik asit polimerlerinin yaş haslıkları iyileştirme özelliklerinden söz edilmiştir.

United states patent 4,883,839 nolu patentte Patrich H. Fitzgerald, Nandakumar S. Rao, Yashavant Vinod ve Jeffrey R. Alender (1989) tarafından sülfonlanmış fenol formaldehit kondenzasyon ürünleri incelemiştir. Bu ürünlerin kirlenmeyi engelleme yani yaş haslıkları iyileştirme özellikleri anlatılmıştır. Yine aynı patentte maleik asit ve stiren polimerinin naylon boyanmış kumaşlarda yaş haslıkları iyileştirdiği ispatlanmıştır.

Journal of quality and technology management adlı makalede M. Akram, S. Ali, S.A. Shahif, I.Ullah, M.Madem ve A.Shafeeq (2012), naylon boyanmış kumaşlarda yaş haslıklarını iyileştirmek amacı ile potasyum antimonü tartrat, tannik asit ve polivinil alkol kullanımının araştırılmasından söz etmişlerdir. Ayrıca Sodyum 2-(4-(4,6-dikloro-1,2,3-triazin-2-ylamino) fenil sülfonil) etan sülfonat maddesinin naylon boyamada yaş haslıkları iyileştirdiği için, sentez metodunu vermişlerdir.

United states patent 4,820,831 nolu patentte, Eiji Ogata, Koji Ono ve Nobuyuki Nate tarafından (1989), 4,4'-dihidroksi difenil sülfon'un fenol ve sülfonat maddesi ile reaksiyonu ya da fenol sülfonik asidin dehidrasyonu ile elde edilmesi hakkında bilgiler verilmiştir. Sentezlenen bu maddenin yine naylon boyamada yaş haslıkları iyileştirdiği bilinmektedir.

United states patent 5,061,763 nolu patentte Thomas H. Moss, Raplh R. Sargent ve Michael S. Williams tarafından (1991) akrilik asit veya esterinin, sülfonlanmış aromatik formaldehit kondenzasyon polimerleri ya da sülfonlanmış hidroksi aromatik akrilik ester ya da akrilik asidin poliamid gruplarında yaş haslıkları iyileştirme yani lekelenmeye karşı direnç etkileri incelenmiştir. Bu patentte de formaldehit kondenzasyon ürünleri gibi sülfonlanmış aromatik bileşiklerin yaş haslıkları iyileştirme özelliklerinden söz edilmiştir. Bisfenol, fenil

4-sülfonik asit, naftalen sülfonik asit ve 2,4-dimetil benzen sülfonik asit kondenzasyon

polimerlerinden örnekler verilmiştir. Hangi tip polimer sentezlenirse sentezlensin mutlaka sülfonat grupları içermesi gerektiği anlatılmıştır. Sülfonat yani SO₃ gruplarının yaş haslıkları iyileştirdiği anlatılmıştır.

Konishi chem web sayfasında naylon fiksatörü olarak Bisfenol A yani 4,4-dihidroksi difenil sulfon tanıtımı yapılmıştır.

Alfa kimya web sayfasında da yine Bisfenol A anlatılmıştır.

Bu çalışmalarda kullanılan kimyasal maddeler ve piyasa da fiksatör olarak kullanılmakta olan bisfenol ve formaldehit türevleri, kanserojen ve yasaklı maddeler olduğundan, tez kapsamında sentezlenen kimyasal fiksatörün çevre ve insan sağlığına da olumsuz etkisi olmaması çalışmada ki en önemli husus olmuştur.

United states patent 5,464,452 nolu patentte Arthur H. Cole, Susan C. Glenn ve Grannis S. Johnson tarafından (1995) çevresel olarak daha güvenli ve tehlikeli olmayan boya fiksatör maddelerinden bahsedilmiştir. Fenol formaldehit boya fiksatör maddelerinden ve çevreye olan zararlı etkilerinden söz edilmiştir Fenol ve formaldehit içermeyen boya fiksatör maddelerinin kıyaslamaları yapılmıştır. Polimetakrilik asit, metakrilik asit kopolimeri, 2-akrilamido-2-metil propan sülfonik asit, akrilik asit, malik asit, gibi karboksilik asitlerin ve sodyum vinil sülfonat, sodyum stiren sülfonat, alkil akrilat ve kombinasyonlarının ekolojik maddeye geçilme aşamalarında kullanılabileceği anlatılmıştır. Piyasa da kullanılan çoğu fiksatör maddelerinin fenol ve/veya formaldehit içerdiği ve bu tip toksik maddelerin çevre ve insan sağlığına çok zararlı olduklarını önemle vurgulamışlardır.

Bu amaçla karboksilik asit türevlerinin polimerlerinin kullanılarak sodyum sülfonat ile birlikte kopolimerlerinin naylon boyama sonrası, yaş haslıkları iyileştirmek amacıyla kullanılabileceğini tespit ettik. Bu amaçla yapılan literatür araştırmalarında CA1148438A1 nolu patentte Manuel Slovinsky ve Kenneth E. Visek'in akrilik asit ve vinil sülfonat kopolimerlerinin dispersiyon özelliği ile ilgili

çalışmalar yaptıkları görülmüştür. Bu çalışmadan yola çıkarak bu maddeleri naylon boyamada fiksator olarak kullanılabilirliğinin de incelenebileceğini düşündüğümüzden, tezde bu maddelerle çalışmalar yapılmıştır.

United states patent 4,640,793 nolu patentte Leonard J. Persinski, Jerry L. Walker ve Bennett P. Boffardi tarafından (1987) karboksilik asit ve sülfonik asit polimerlerinin korrozyon önleme ve sinerjik yani her iki kimyasal maddenin birlikte olmalarından dolayı olumlu etkileri incelenmiştir. Bu patentte maleik asit ve sülfonlanmış stiren polimerleri ile ilgili çalışmalar yapıldığı görülmüştür. Ayrıca akrilik asit ve alil sülfonik asit kopolimerleri anlatılmıştır. Bu sinerjik etki, korrozyon önleme ve dispersiyon özelliklerinden dolayı naylon boyama sonrası bu tip maddelerin yine naylon boyama fiksatorü olarak kullanılabilceği düşünülmüştür.

United states patent 5,135,677 nolu patentte Shigeru Yamaguchi, Shorbu Shioji, Yoshio Irie ve Teruaki Fujiwara tarafından (1992) maleik asit polimerlerinin su arıtma özellikleri ve deterjan maddelerinde temizleme katkı maddeleri olarak kullanıldıkları ile ilgili incelemeler yer almıştır. Polimaleik asit ve maleik asit kopolimerlerinin kullanımları anlatılmıştır. Maleik asidin dispersiyon özelliği, iyon tutma yani şelatör özelliği, su arıtma özelliği ve en önemlisi de deterjan katkı maddesi özellikleri bu patentte vurgulanmıştır. Akrilik asit kullanımı ve sentez reaksiyonları verilmiştir.

United states patent 5,212,272 nolu patentte Raplh R. Sargent ve Michael S. Williams tarafından (1993) poliakrilik asit kompozisyon ürünlerinin tekstil proseslerinde ki kullanımları incelenmiştir. Bu ürünlerin tekstil alanında temizleme maddesi, deterjan maddesi, asit boyama egalize maddesi, çökeltici, köpük kesici , anti statik maddesi, metal temizleme maddesi, metal kaplama maddesi, kompleks bağlayıcı yani iyon tutucu, emülgatör, surfantant v.b. gibi pek çok kullanım alanı olduğu ile ilgili bilgiler verilmiştir. Polimetakrilik asit ve poliakrilik asit anlatılmıştır. Tekstil proseslerinde akrilik asit ve sülfonlanmış aromatik bileşiklerin polimerlerinin temizleme özelliklerinin çok iyi olduğu belirtilmiştir.

European patent application EP 2657 329 A1'de Hayrettin izmir tarafından (2012) akrilik asit, maleik asit polimerleri, stiren maleik asit kopolimerleri ve sülfonlanmış yapılar, akrilik asit - sodyum vinil sülfonat – vinil asetat terpolimeri, polimaleik asit polimerleri, stiren sülfonat-metil stiren kopolimeri, sülfonat ve karboksilat polimerlerinden, akrilik asit homopolimer, akrilik asit maleik asit kopolimerlerinden söz edilmiştir. Burada ki ürünlerin yine deterjanlarda kullanılma özellikleri anlatılmıştır. Akrilik asit maleik asit, sodyum vinil sülfonat ter polimerlerinin elde edilme sentez reaksiyonunu anlatılmıştır. Elde edilen maddenin kompleks bağlama özellikleri test edilmiştir.

United states patent 4,048,066 nolu patentte Dionisio guerrero Cuisia ce Chih Ming Hwa tarafından (1977) stiren sülfonik asit ve akrilik asit ya da metakrilik asit kopolimerleri anlatılmıştır.



3. MATERYAL VE METOD

3.1. Materyal

3.1.1. Kullanılan Kimyasallar

Asetik Asit: Uygulama sırasında banyo pH değerini asit olarak ayarlamak için kullanılmıştır;

Exolube NC : Naylon boyamada düzleştirme maddesi olarak kullanılmıştır.

Akrilik Asit: Sentez denemelerinde kullanılmıştır.

Maleik Asit: Sentez denemelerinde kullanılmıştır.

Sodyum Vinil Sulfonat: Sentez denemelerinde kullanılmıştır.

V50 azo bis amidopropandihidroklorik asit:Sentez'de başlatıcı olarak kullanılmıştır.

MEHQ monomethyl of hydroquinone: Sentez'de sonlandırıcı olarak kullanılmıştır.

Syno Black:Naylon boyası.

Syno Turq.: Naylon boyası.

Syno Red: Naylon boyası.

Colorfix PAW: Yıkama testlerinde karşılaştırma için kullanılan muadil ürün, bis fenol türevi.

3.1.2. Kullanılan Cihazlar

Termal Boya Makinesi: Boyama işlemi için kullanılmıştır.

Ataç Fular: Emdirme metoduna göre boyama yapılırken kumaş sıkma işleminde kullanılmıştır.

Ataç Mini Kurutucu: Kumaş kurutma ve fikse işleminde kullanılmıştır.

Nüve Isıtıcılı Manyetik Karıştırıcı: Sentez işleminde kullanılmıştır.

WTW Level 1 PH Metre: Boyama işleminde banyo pH değeri kontrolü için kullanılmıştır.

Datacolor 650: Boyama sonrası kumaş renk incelemesi için kullanılmıştır.

Perkin Elmer FT-IR: Reaksiyonunun takibinde kullanılmıştır.

Malvern Partikül Boyut ve Zeta Ölçüm Cihazı: Sentez takip işleminde kullanılmıştır.

Viscotek Gel Permeation Chromatography-Jel Geçirgenlik Kromatografisi: Molekül ağırlık testlerinde kullanılmıştır

Atlas Işık Haslık Test Cihazı: Reaktif yıkama sonrası kumaşın ışık haslığının incelenmesinde kullanılmıştır.

Sürtme Haslık Test Cihazı: Naylon boyama sonrası kumaşın sürtme haslığının incelemesinde kullanılmıştır.

Multifiber Kumaş: Yıkama ve su haslık testlerinde kullanılan çoklu elyaf içeren test kumaşı.

Precisa Terazisi: Tartımlarda kullanılmıştır.

Gri Skala Renk Değişim Skalası: Renk değişimlerini test etmek için kullanılmaktadır. En iyi 5 en kötü değer ise 1'dir.

Gri Skala Lekelenme Skalası: Rengin kirlenme değerlerini test etmek için kullanılmaktadır. En iyi 5 en kötü değer ise 1'dir.

3.2. Metod

Boya fiksatorü olarak; sülfonik asit ve karboksilik asit grubu içeren monomerleri kullanarak kopolimerler ve terpolimerler sentezlenmiş ve bunların fiksator olarak kullanılabilirlikleri incelenmiştir.

Karboksilik asit türevleri olarak akrilik asit, maleik asit, monomerlerin polimerizasyonu ve/veya kopolimerizasyonu ile, polimerizasyon da anyoniklik sağlayacak sodyum vinil sulfonat kimyasal maddesi kullanılmıştır. Ürünlerin maliyet analizleride yapılarak yapılan denemeler sonunda uygun maliyette ürünlerin sodyum vinil sulfonat ile elde edilebildiği görülmüştür. Yapılan denemelerde sodyum vinil sulfonat'ın, Sodyum stiren sulfonat ile aynı etkiye sahip olduğu görüldüğünden denemelerde sodyum vinil sulfonat yönünde ilerleme yapılmasına karar verilerek bu yönde ilerlenmiştir.

Karboksilik asit türevli polimer/kopolimer sentezlenmiş ve anyonik yapıda bir ürün elde edilmiştir. Böylece poliamid elyafının yüzeyini kaplayacak büyüklükte ve özellikte, uygun molekül ağırlığına sahip yeni bir polimer sentezi gerçekleştirilmiştir.

Fiksator madde olarak sülfonat grubu içeren vinil sülfonik asit ile akrilik asiti veya maleik asit ile akrilik asit karışımını polimerleştirerek, olabilirliği yüksek ve yeni bir kopolimer sentez çalışmaları yapılmıştır.

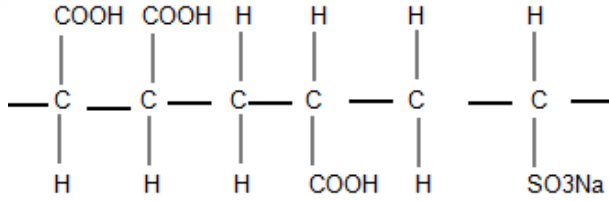
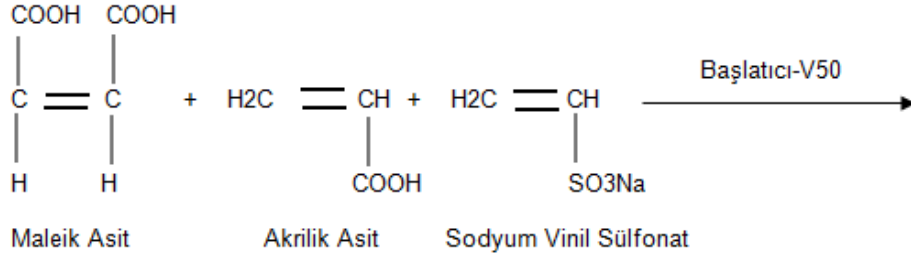
Söz konusu bu polimer maddelerin sentezlenmesinin başarıma olasılığı yüksek olmuştur ve yine sülfonat grubu içeren poli karboksilik asit yapısındadırlar. Bu polimerlerle ilgili yaptığımız ön çalışmalarda, maleik asit ile akrilik asitin ve maleik asit, akrilik asit ve vinil sülfonik asitin polimerlerinin farklı oranlarda monomerler ile sentezi yapılabilir diye öngörüldüğünden, çalışmamızda kendi amaçlarımıza uygun oranlar kullanılarak sentezler yapılmıştır.

Maleik asit polimerleşme reaksiyonu çok hızlı bir reaksiyon olduğundan, polimerleşme bittiğinde bile, ürün içerisinde kendi kendine polimerleşme devam ettiğinden, kararlı bir ürün elde etmek adına tek başına değil akrilik asit ile beraber ter polimer olarak kullanılmasının daha uygun olduğu görülmüştür.

Polimerleşme çalışmalarında akrilik asit ve sodyum vinil sülfonat kopolimeri ve akrilik asit, maleik asit ve vinil sülfonat ter polimeri kullanılarak çalışmalar yapılmıştır. Fumarik asit, maleik asitin trans formu olduğundan fumarik asit kullanılmayıp direk maleik asit ile denemelere devam edilmiştir.

3.2.1. Poli Karboksilik Asit ve Sülfon Grubu ile Anyonik Polimer Eldesi

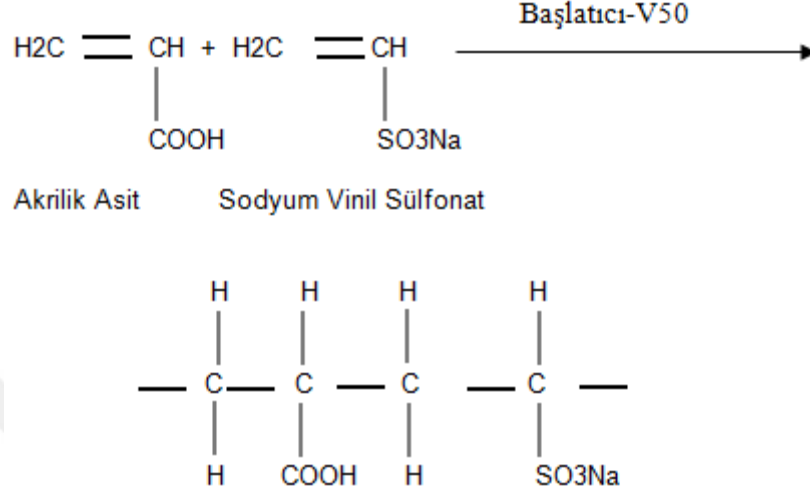
3.2.1.1. Maleik Asit, Akrilik Asit ve Sodyum Vinil Sülfon Sentez Reaksiyonu



Şekil 3.1. Reçete 1-Maleik asit Akrilik asit ve Sodyum Vinil Sülfonat Ter Polimeri Eldesi

Reaksiyonda önce üç boyunlu balona 26 gram Sodyum Vinil Sülfonat ve 45,75 gram su eklenir. Balon, reaksiyon için magnetik ısıtıcı altında geri soğutucuya konulur. 40°C'ye gelince 0.05 gram başlatıcı olan V50 maddesi eklenir. 10 dakika 40°C'de tutularak, 10 gram maleik asit karışıma eklenir. 40°C'de 10 dakika tutulur. 10 dakika sonra 40°C'de iken 18 gram akrilik asit yavaş yavaş bu karışıma eklenir. Daha sonra reaksiyon sıcaklığı sıra ile önce 60°C'ye çıkarılır, 1 saat bu sıcaklıkta tutulur. Bir saat sonunda yavaş yavaş 70°C'ye çıkarılır ve 70°C'de iken polimerleşme sürekli gözlenir. 70°C'de yine yarım saat tutulur bu sıcaklıkta polimerleşme başlar ancak yavaş bir hızdadır. Sıcaklık 75°C'ye çıkarılır ve 75°C'de bir saat tutulur. Bir saate yaklaştığında ortamın polimerleşmenin kıvamının artması ile istenen seviyeye geldiği anlaşılıp sıcaklık sabitlenir. Bir saat bu sıcaklıkta devam edilir. Daha sonra soğutmaya alınır ve 50°C'ye geldiğinde 0,2 gram MEHQ yani reaksiyon sonlandırıcı madde eklenir.

3.2.1.2. Akrilik Asit ve Sodyum Vinil Sülfon Sentez Reaksiyonu



Şekil 3.2. Reçete 2-Akrilik Asit Sodyum Vinil Sülfonat Kopolimeri Eldesi

Reaksiyonda önce üç boyunlu balona 55,75 gram su tartılır. 26 gram Sodyum Vinil Sülfonat eklenir. Balon, reaksiyon için magnetik ısıtıcı altında geri soğutucuya konulur. 40°C'ye gelince 0,05 gram reaksiyon başlatıcı madde V50 eklenir. 10 dakika 40°C'de tutularak, 45°C'ye sıcaklık arttırılır. 45°C'ye geldiğinde akrilik asit 2 saatte yavaş yavaş bu karışıma eklenir. Daha sonra reaksiyon sıcaklığı sıra ile önce 60°C'ye çıkarılır, 1 saat bu sıcaklıkta tutulur. Bir saat sonunda yavaş yavaş 70°C'ye çıkarılır ve 70°C'de iken polimerleşme sürekli gözlenir. 70°C'de yine yarım saat tutulur bu sıcaklıkta polimerleşme başlamıştır ancak polimerleşme hızı çok yavaştır. Sıcaklık 75°C'ye çıkarılır ve 75°C'de bir saat tutulur. Bir saate yaklaştığında polimerleşmenin kıvamının artması ile istenen seviyeye geldiği görüldüğünde sıcaklık sabitlenir. Yarım saat bu sıcaklıkta yani 75°C'de devam edilir. Daha sonra soğutmaya alınır ve 50°C'ye geldiğinde 0,2 gram reaksiyon sonlandırıcı madde MEHQ eklenir.

3.2.2. Sentez Yöntemi

Gel Permeation Chromatography- Jel Geçirgenlik Kromatografisi (GPC) cihazında, sentezi yapılan anyonik polimer ürünlerinin molekül ağırlığı test edilmiştir.

Reaksiyon takibi ayrıca FT-IR ile eğrilerin incelenmesi ile yapılmıştır.

Ayrıca % anyonik aktif madde testi ile anyonik aktif madde miktarı test edilmiştir.

Ayrıca elde edilen reçetelerin zeta ölçümleri yapılmıştır.

3.2.2.1. Gel Permeation Chromatography-Jel Geçirgenlik Kromatografisi ile Molekül Ağırlığı Testi

GPC cihazında sentezlenen polimer ürününün molekül ağırlığı test edilmiştir.

3.2.2.2. FT-IR ile Reaksiyon Takibi

Akrilik asit reaksiyonu sonrası çift bağ açılarak polimer oluşturulmuştur. Reaksiyon takibi Perkin Elmer Fourier Transfer İnfrared Spektrofotometre (FT-IR) ile yapılmıştır. Akrilik asit karbonil gurubu içermektedir ve 1700 cm⁻¹ de çok özel bir pike sahiptir. Sülfonat grupları 1100-1000 cm⁻¹ de simetrik ve 1200-1000 cm⁻¹ asimetrik olmayan pike sahiptir. Reaksiyondaki ilerleme takibi belli aralıklarla alınan numunelerin FT-IR'da 3370 cm⁻¹ su piki ve 1636 cm⁻¹'de gözlenen akrilik asit pikinin ve 1179 ve 1045cm⁻¹'de sülfonat pikinin oluşması ile sonlandırılmıştır.

Akrilik asit ve maleik asit reaksiyonu sonrası yine çift bağ açılarak polimer oluşturulmuştur.

3.2.2.3. Anyonik Aktif Madde Tayini

0.3 g numune behere alınır. 200 ml destile su ekleyerek iyice karıştırılır ve birkaç damla fenolftalein damlatarak 0.1N NaOH ile uçuk pembe renk oluncaya kadar nötrleştirilir. 500 ml.çizgisine kadar destile su ile tamamlanır. Diğer taraftan,

100 ml'lik rodajlı cam mezür alınır, 15 ml'lik kloroform alarak mezüre konulur. 10 ml hazırladığımız çözeltilerden eklenir. 10 ml karışık indikatör çözeltisi ve 20 ml destile su eklenir. Mezürün kapağı kapatılarak mezür iyice sallanır. 0.004 M Hiyamin çözeltisi ile her ml'de mezürün kapağını kapatıp iyice sallayarak titrasyon yapılır ve titrasyon koyu sarı renk görülünceye kadar sürdürülür. Harcanan hiyamin miktarı not edilir.

$$\% \text{ Anyonik aktif madde} = \frac{H \times F \times 3}{T} \text{---(3.2)}$$

H = Harcadığın hiyamin miktarı (ml)

F = Hiyamin çözeltilisinin faktörü

T = Tarttığın numune miktarı(g.)

3.2.2.4. Zeta Potansiyel Ölçümü

% 1 lik çözeltilerin pH:4-4.5'ta zeta ölçümleri yapılmıştır.

3.2.3. Boyama İşleminin Yapılması

Reaksiyonlar sonucu elde edilen naylon boya fiksator maddesinin performansını değerlendirmek ve yıkama özelliklerini belirlemek için farklı boya grupları ile naylon boyama işlemi yapılmıştır. Boyama işlemlerinde yıkama etkisinin net görülmesi için koyu renk boyamalar tercih edilmiştir.

Boyama işleminde % 100 naylon kumaş kullanılmıştır.

Boyama işlemi termal boyama makinesinde yapılmıştır.

Boyama sonrası fular makinesinden sıkılan kumaşlar, mini ramda kurutulup fiksator ile yıkama işlemine geçilmiştir.

Naylon Boyama Reçetesi 1

% 4 Syno Black

1g/L Asetik Asit

pH; 4,5

Naylon Boyama Reçetesi 2

% 4 Syno Turquoise

1g/L Asetik Asit

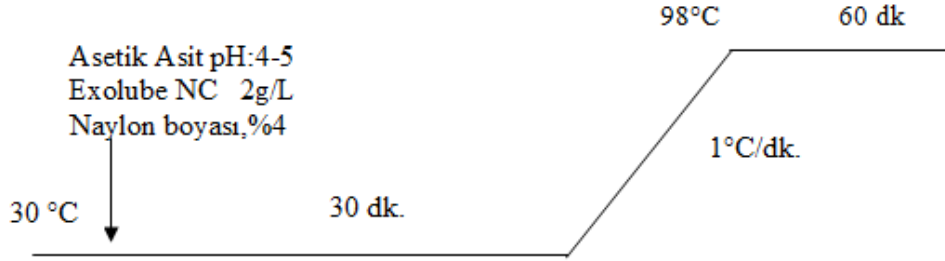
pH;4,5

Naylon Boyama Reçetesi 3

% 4 Syno Rubine

1g/L Asetik Asit

pH;4,5



Şekil 3.3. Naylon Boyama Prosesi

3.2.4. Fikse İşleminin Yapılması

1-2 g/L Naylon fikse maddesi

50°C, 20 dk

pH:5-5,5

3.2.5. Fikse İşlemi Sonrası Haslık İncelemesi

3.2.5.1. Yıkama Haslığının İncelemesi

Yıkama haslığı, renklendirilmiş tekstillerin yıkamaya karşı direncini ifade eden haslık testidir. Tekstil materyallerinin kullanım eşyası olarak, çok çeşitli yıkama tiplerine maruz kalması göz önüne alınarak, geniş bir yıkama işlemi uygulanmalıdır. Yıkama testlerinde tüm yıkama testlerinde değerlendirilecek kriterler arasında; yıkama işleminin boyanmış mamulün rengine etkisi ve boyanmış materyalden akan boyanın refakat bezi yani beyaz kumaşı kirletmesidir. Yıkama haslık testi için Marks & Spencer C4A metodu uygulanmaktadır. 10 x 4 cm ebatlarında kesilen test edilecek boyanmış naylon kumaş ve refakat kumaşı olan multifiber test kumaşı bir uçtan birbirine doğru dikilir. Yıkama maddesi belirlenen miktarlarda verilerek 60°C’de 30 dakika işlem yapılır. Gerekli durulamalar yapıldıktan sonra boyanmış kumaş ve multifibre test kumaşı birbirine değmeyecek şekilde açılır ve maksimum 60°C ‘de ki sıcaklıkta kurutulur.

Kirletme ve renk değişimleri gri skala ile değerlendirilir.

3.2.5.2. Su Haslığının İncelemesi

Su haslığı, boyanmış tekstil mamulünün normal ortam sıcaklığında belirli miktar su içinde bekletilmeye karşı dayanımının derecesidir. Testte boyanmış kumaş ile refakat bezi ya da multifiber kumaş adı verilen farklı kumaş tiplerini içeren kumaş, belli bir süre belli ağırlık ile petri dish kaplarında suda bekletilir, süzülür ve ağırlık altında petri dish kapları ile belli bir basınç altında etüve yerleştirilir. Burada refakat bezi ya da multifiber kumaşta meydana gelen kirletme incelenir. Su haslığı testi için Marks & Spencer C6 standart test metodu uygulanmaktadır.. Örnekler 10 x 4 cm uzunluğunda kesilip hazırlanır. Refakat bezlerle bir veya iki kenarından dikilerek petri dish kaplarında 50 gram ağırlık ile havası alınarak iyice ıslatılır. Üzerine 50 gram cam ağırlık plaka konularak 15 dakika bekletilir.15 dakika sonunda fazla suyu dökülür ve petri dish kabında ki test edilecek kumaş ve multifibre kumaş ile birlikte üzerinde 50 gram ağırlık plaka var

iken etüve konulur ve 37°C’de 4 saat bekletildikten sonra örnek ve refakat bezler birbirine değmeyecek şekilde ve 60°C’yi geçmeyecek şekilde kurutulur.

Kirtletme ve renk değişimleri gri skalada değerlendirilir.

3.2.5.3. Sürtme Haslığının İncelemesi

Sürtme haslığı, tekstil materyalinin sürtünmeyle rengini atma direnci; bir kumaşın temas halde bulunduğu başka bir kumaşa rengini transfer etmeye yani boyasını ona geçirmeye karşı olan direncidir. Yaş ve kuru halde olmak üzere test edilir. Sürtünme haslığı bize boyarmaddenin life bağlanma şeklini gösterir, eğer yıkama işlemlerinde hidroliz olmuş boya giderilememiş ise kumaş üzerinde bulunan hidroliz olmuş boyalar sürtme etkisine karşı direnç gösteremezler. Sürtme haslığı Marks & Spencer C8 standart testine göre incelenmektedir.. Bu test James & Heal Haslık Test Cihazında yapılır. Bu testte 14 x 5 cm ebatlarında örnek alınır. Sürtünme bezi olarak 5 x 5 cm ebatlarında standart beyaz pamuklu kumaş kullanılır. Denek kumaş aletin çeneleri arasına kırışksız bir şekilde yerleştirilir. Beyaz kumaş ise aletin parmak şeklindeki üst kısmına yerleştirilir. İki kumaş 10cm boyunda 10 saniyede 10 kez gidip gelerek sürtünür. Sürtünme ağırlığı 400g/cm² dir. Yaş sürtünmede beyaz kumaş iyice ıslatılır ve iki bağıt arasından geçirilerek fazla suyu alınır. %100 yaş haldeyken deney yapılır.

Kirtletme gri skala ile değerlendirilir.

3.2.5.4. Işık Haslığının İncelemesi

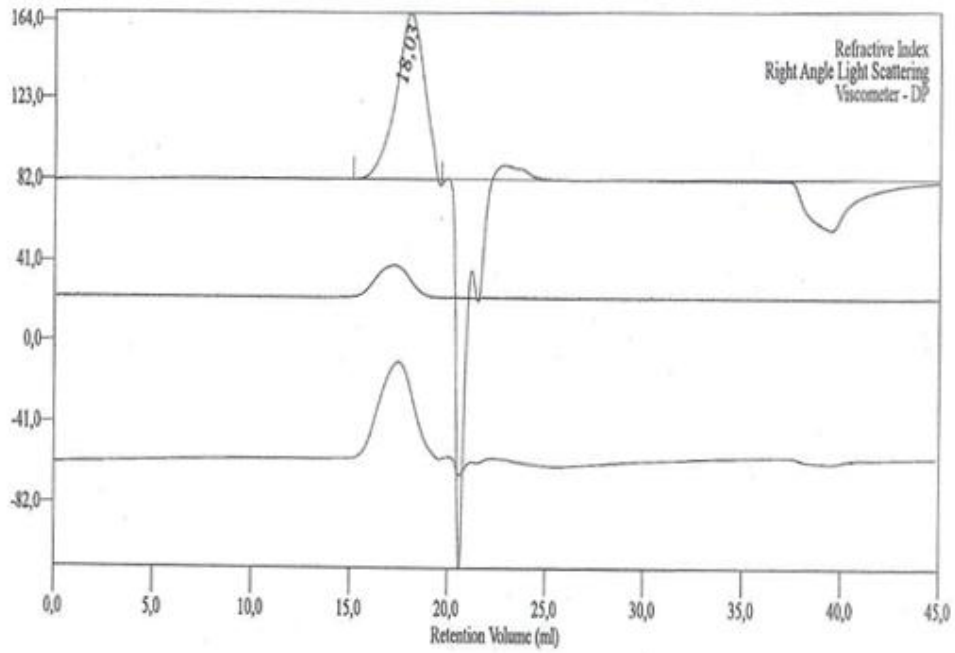
Işık haslığı, ışığın renk giderme etkisine karşı, boyanmış tekstil materyalinin direnç derecesidir. Gün ışığına maruz kalan boyalı materyaller, zamanla solacak ya da renk değiştirecektir. Bu özellik ışık haslığı olarak adlandırılmaktadır. Uzun süreli stoklama ya da konfeksiyon şeklinde sunumda olan tekstil materyalleri ışık altında renk değiştirmektedirler, diğer açıdan kullanım sırasında güneş ışığıyla bile renk değiştiren tekstil materyalleri bulunmakta ve firmaların yurtdışı açılımlarında bu tarz ürünler girememektedirler. Işık haslığı ISO

105 B02 ile yapılmaktadır. Standart referans olarak mavi yün skala kumaşları kullanılmaktadır. Mavi yün skala kumaşları solma direnç derecesine göre farklı tip asit ve küp boya ile boyanmış standart olarak kullanılan boyanmış tekstil kumaşlarıdır. Numara 1 ve 8'e kadar sekiz adet test kumaşından meydana gelmektedir. Numara 1 mavi yün skala kumaşının solma derecesi en kötü iken, numara 8 mavi yün skala kumaşının solma derecesi en iyidir. Deney numunesi ve skalalar numune tutuculara yerleştirilir. Numune ve referansların üçte birlik kısmını kapsayacak şekilde orta kısımları ışık almayacak şekilde kapatılır. Numune ve standart mavi yün skala kumaşları ksenon ark ışığına sahip olan ışık haslığı test cihazında teste konulur. Mavi yün skala grade 5 yani mavi yün skala numara 5'e kadar teste konulur. Mavi yün skala numara 5'te ki ışığa maruz kalan kısım ile ışığa maruz kalmayan kısımlar arasındaki kontrast farkı gri skala 4 oluncaya kadar devam eder.



4. BULGULAR VE TARTIŞMA**4.1. Gel Permeation Chromatography-Jel Geçirgenlik Kromatografisi ile Molekül Ağırlığı Testi**

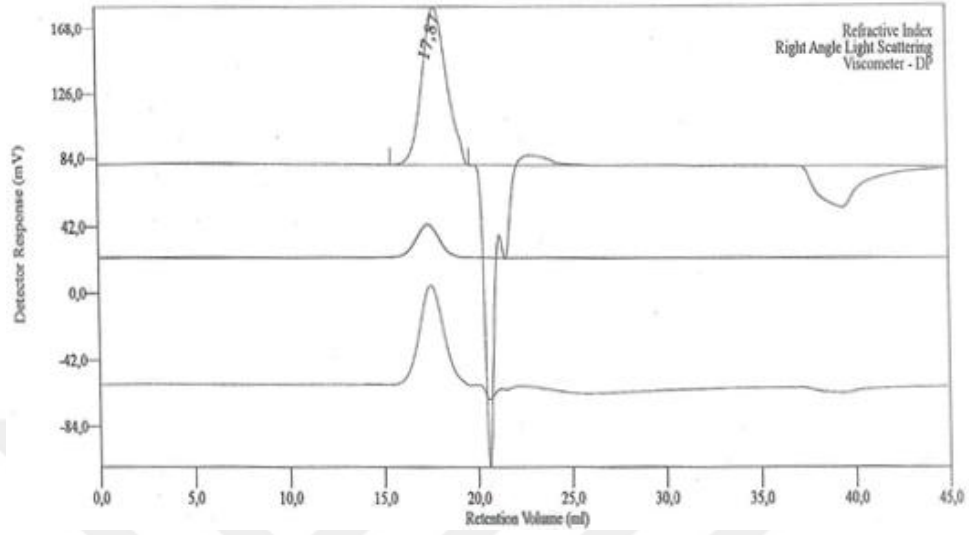
Sentezlenen polimerlerin ve muadil ürün Colorfix Paw'ın molekül ağırlıkları GPC cihazında test edilmiştir.



Şekil 4.1. Reçete 1-Maleik asit Akrilik asit ve Sodyum Vinil Sülfonat Ter Polimer Eldesi-Molekül ağırlığı Grafiği

Çizelge 4.1. Reçete 1-Maleik asit Akrilik asit ve Sodyum Vinil Sülfonat Ter Polimeri Eldesi-Molekül ağırlığı tablosu

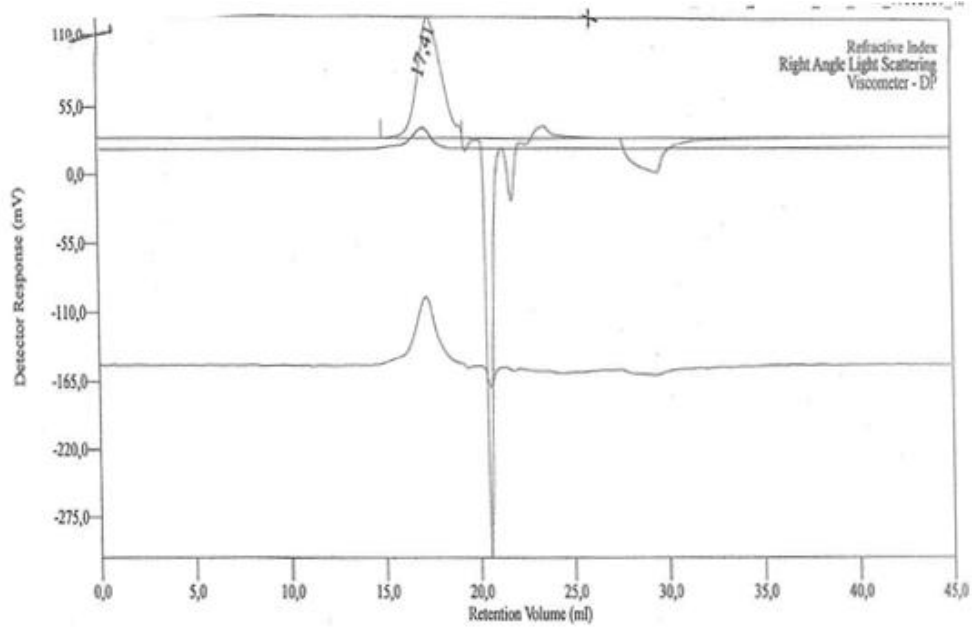
Peak RV- (ml)	18,033
Mn - (Daltons)	5,580
Mw - (Daltons)	11,577
Mz - (Daltons)	31,114
Mp - (Daltons)	5,742
Mn / Mn	2,075
Percent Above Mw: 0	100,000
Percent Below Mw: 0	0,000
IV -(dl/g)	0,169
Rh(w) - (nm)	2,882
Wt Fr (Peak)	1,000
Mark - Houwink a	0,775
Mark - Houwink logK	-3,889
Branches	0,000
Branch Freq.	0,000
RI Area - (mvml)	141,93
UV Area - (mvml)	0,00
RALS Area - (mvml)	33,35
LALS Area - (mvml)	0,00
IVDP Area - (mvml)	101,84



Şekil 4.2. Reçete 2 -Akrilik Asit Sodium Vinil Sülfonat Kopolimeri Eldesi Molekül ağırlığı Grafiği

Çizelge 4.2. Reçete 2 - Akrilik Asit Sodyum Vinil Sülfonat Kopolimeri Eldesi
Molekül ağırlığı tablosu

Peak RV- (ml)	17,867
Mn - (Daltons)	5,992
Mw - (Daltons)	9,319
Mz - (Daltons)	17,638
Mp - (Daltons)	6,938
Mn / Mn	1,555
Percent Above Mw: 0	100,000
Percent Below Mw: 0	0,000
IV -(dl/g)	0,160
Rh(w) - (nm)	2,731
Wt Fr (Peak)	1,000
Mark - Houwink a	0,785
Mark - Houwink logK	-3,889
Branches	0,000
Branch Freq.	0,000
RI Area - (mvml)	154,17
UV Area - (mvml)	0,00
RALS Area - (mvml)	31,65
LALS Area - (mvml)	0,00
IVDP Area - (mvml)	94,26



Şekil 4.3. Colorfix Paw(Muadil ürün) Molekül ağırlığı Grafiği

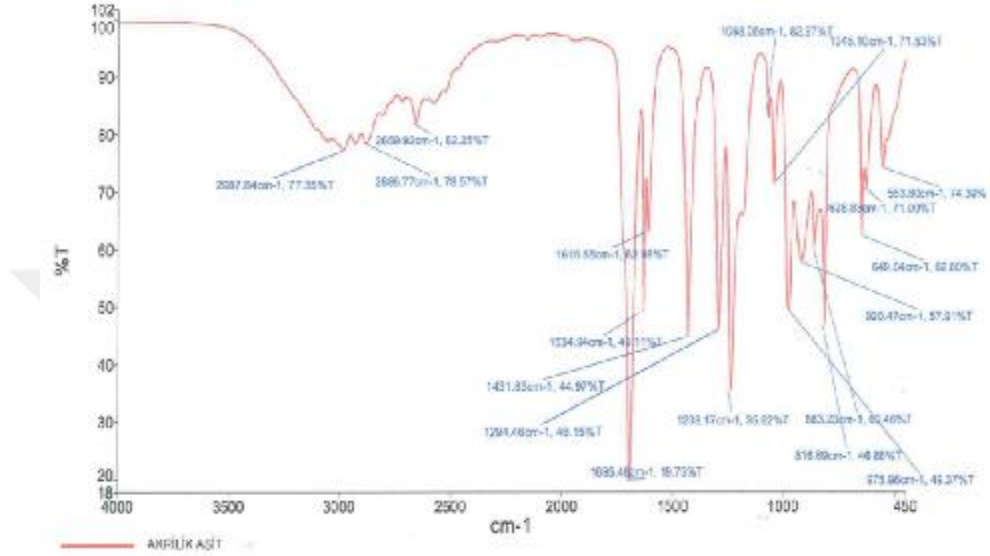
Çizelge 4.3. Colorfix Paw(muadil ürün) molekül ağırlığı tablosu

Peak RV- (ml)	17,410
Mn - (Daltons)	6,138
Mw - (Daltons)	10,427
Mz - (Daltons)	25,106
Mp - (Daltons)	8,668
Mn / Mn	1,699
Percent Above Mw: 0	100,000
Percent Below Mw: 0	0,000
IV -(dl/g)	0,136
Rh(w) - (nm)	2,650
Wt Fr (Peak)	1,000
Mark - Houwink a	0,832
Mark - Houwink logK	-4,191
Branches	0,000
Branch Freq.	0,000
RI Area - (mvml)	141,80
UV Area - (mvml)	0,00
RALS Area - (mvml)	24,26
LALS Area - (mvml)	0,00
IVDP Area - (mvml)	78,44

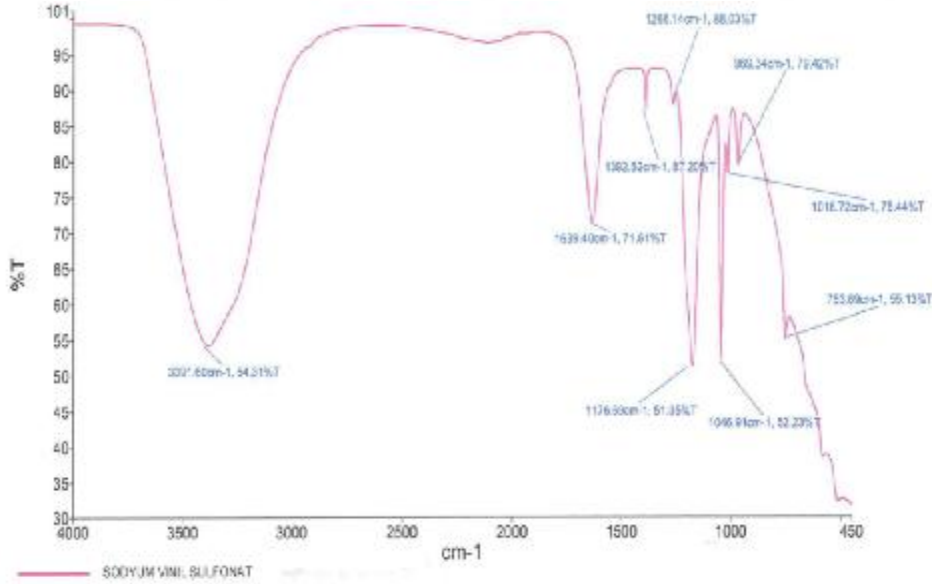
4.2. Elde Edilen Polimer Eldesinin FT-IR Spektrumda İncelenmesi

Akrilik asit reaksiyonu sonrası çift bağ açılarak polimer oluşturulmuştur. Reaksiyon takibi Perkin Elmer Fourier Transfer İnfared Spektrofotometre (FT-IR) ile yapılmıştır. Akrilik asit karbonil gurubu içermektedir ve 1700 cm⁻¹ de çok özel bir pike sahiptir. Sulfonat grupları 1100-1000 cm⁻¹ de simetrik ve 1200-1000 cm⁻¹ asimetrik olmayan pike sahiptir. Reaksiyondaki ilerleme takibi belli aralıklarla alınan numunelerin FT-IR'da 3370 cm⁻¹ su piki ve 1636 cm⁻¹'de gözlenen akrilik

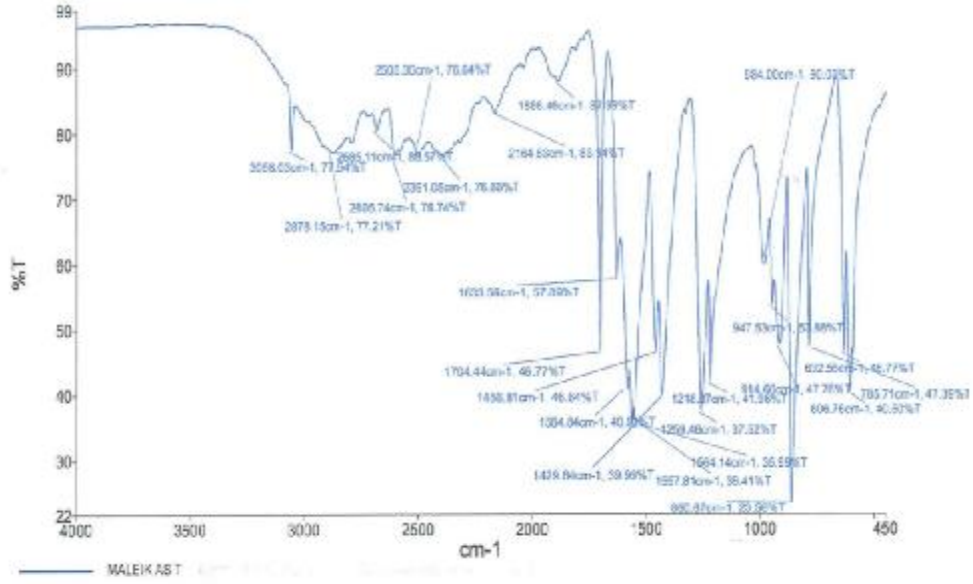
asit pikinin ve 1179 ve 1045 cm^{-1} 'de sulfonat pikinin oluşması ile sonlandırılmıştır.



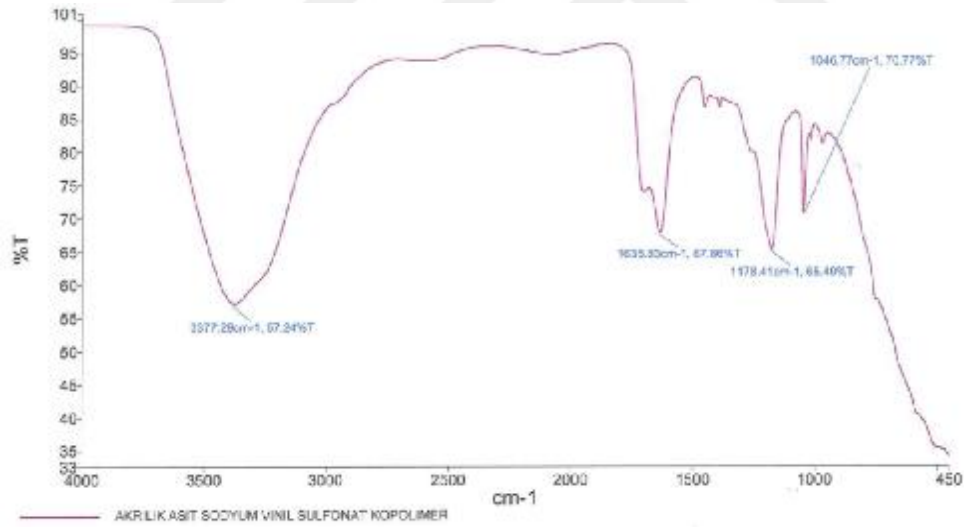
Şekil 4.4. Akriklik Asit FT-IR Spektrum İncelemesi



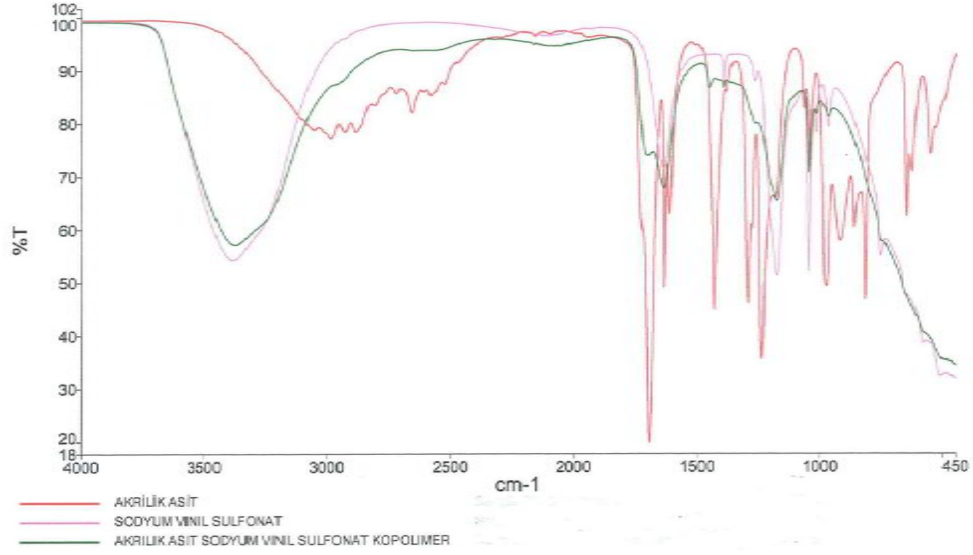
Şekil 4.5. Sodyum Vinil Sulfonat FT-IR Spektrum İncelemesi



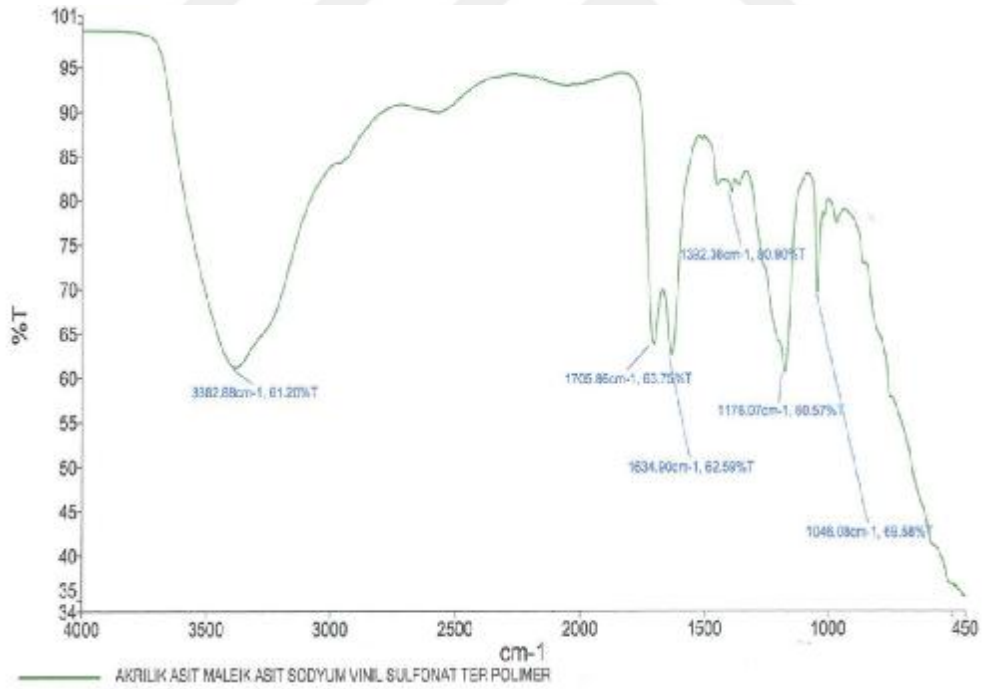
Şekil 4.6. Maleik Asit FT-IR Spektrum İncelemesi



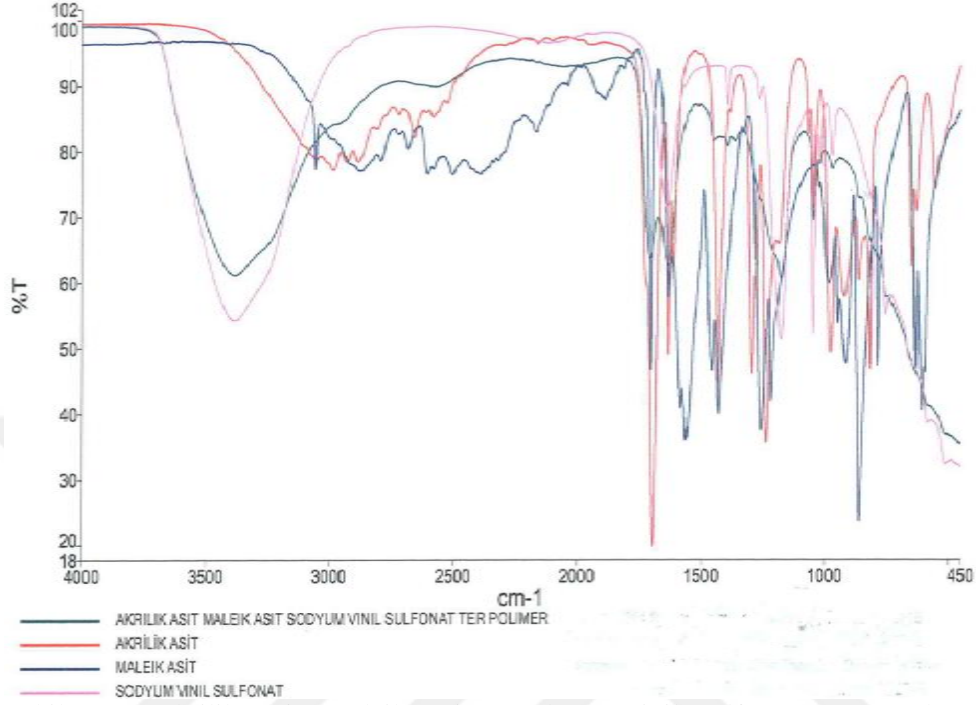
Şekil 4.7. Akrilik Asit Sodyum Vinil Sulfonat Kopolimer FT-IR Spectrumu



Şekil 4.8. Akrilik Asit, Sodyum Vinil Sulfonat ve Kopolimer FTIR Spectrumu



Şekil 4.9. Akrilik Asit Maleik Asit Sodyum Vinil Sulfonat Terpolimer FT-IR Spectrumu



Şekil 4.10. Akrilik Asit, Maleik Asit , Sodyum Vinil Sulfonat ve sentezlenen Terpolimer FT-IR Spectrumu

4.3. Elde Edilen Polimer Eldesinin % Anyonik Aktif Madde Tayininin İncelenmesi

Akrilik asit ile yapılan polimerde, % anyonik aktif madde tayini reaksiyonun belli sürelerinde takip edilmiştir. Reaksiyon sonlandığında çıkan değer proses sonunda reçete 1’de %25, reçete 2’de %27 olarak bulunmuştur.

4.4. Elde Edilen Polimer Eldesinin Zeta Potansiyel Değerinin İncelenmesi

Reaksiyon sonrası zeta potansiyel değeri:

Reçete 1-%1 pH:4.5: -41.8 mv ve reçete 2-%1 pH:4.5: -40.9 mv değeri elde edilmiştir.

Zeta potansiyelin negatif yani eksi değerde olması elde ürünün anyonik yapıda olduğunu göstermektedir.

4.5. Uygulamadaki Özelliklerin İncelenmesi

Yapılan sentez çalışması sonrası elde edilen polikarboksilik asit sülfonat polimerinin naylon boyamada fikse maddesi olarak kullanılabilirliğinin tespiti incelenmiştir. Bu amaçla farklı boya grupları ile naylon boyama işlemi yapılarak kontrollere geçilmiştir.

4.5.1. Naylon Boyama İşlemi

Reaksiyonlar sonucu elde edilen naylon boya fiksator maddesinin performansını değerlendirmek ve yıkama özelliklerini belirlemek için farklı boya grupları ile naylon boyama işlemi yapılmıştır. Boyama işlemlerinde yıkama etkisinin net görülmesi için koyu renk boyamalar tercih edilmiştir.

Boyama işleminde %100 naylon kumaş kullanılmıştır.

Boyama işlemi termal boyama makinesinde yapılmıştır.

Boyama sonrası fular makinesinden sıkılan kumaşlar, mini ramda kurutulup fiksator ile yıkama işlemine geçilmiştir.

Naylon Boyama Reçetesi 1

% 4 Syno Black

1g/L Asetik Asit

pH;4,5

F:1;10(Banyo oranı; 1 gram kumaş için 10 ml çözelti)

Naylon Boyama Reçetesi 2

% 4 Syno Turquoise

1g/L Asetik Asit

pH;4,5

F:1;10(Banyo oranı; 1 gram kumaş için 10 ml çözelti)

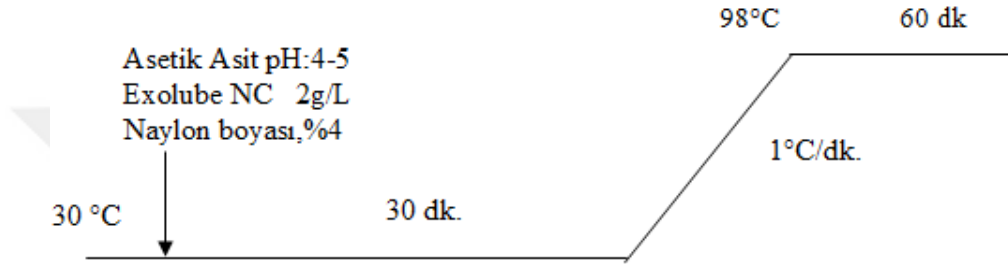
Naylon Boyama Reçetesi 3

% 4 Syno Rubine

1g/L Asetik Asit

pH;4,5

F:1;10(Banyo oranı; 1 gram kumaş için 10 ml çözelti)



Şekil 4.11. Naylon Boyama Prosesi

4.5.2. Fikse İşleminin Yapılması

1 g/L Naylon fikse maddesi

50°C, 20 dk

pH:5-5,5

Tüm haslık testleri uygulanmıştır.

4.5.3. Fikse İşlemi Sonrası Yıkama ve Su Haslık Özelliklerinin İncelemesi

Yıkama haslık testi için C4A Marks & Spencer C4A metodu ile su haslığı testi için C6 Marks & Spencer metotları uygulanmıştır. Haslık çalışmalarında kullanılan multifiber kumaş farklı tip kumaşlardan oluşmakta olup, sırası ile yün, akrilik, polyester, naylon, pamuk ve asetattan oluşmaktadır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Ayten BAŞ

Çizelge 4.4. Boyama Reçete No 1'in Yıkama ve Su Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimleri)

	YIKAMA HASLIĞI(M&S C4A)							SU HASLIĞI(C6)						
	Y	AK	PES	NY	PM	AS	Renk Değişimi	Y	AK	PES	NY	PM	AS	Renk Değişimi
İŞLEM GÖRMEMİŞ KUMAŞ	3+	4	4	2	3	3+	4/5	3	4	4	2	3	3+	4/5
COLORFIX PAW (MUADİL ÜRÜN)	4	4/5	4/5	4-	4-	4-	4/5	4	4+	4/5	4	3/4	4	4/5
REÇETE 1 ŞEKİL 3.1	4/5	4/5	4/5	4+	4+	4/5	4/5	4/5	4/5	4/5	4+	4+	4/5	4/5
REÇETE 2 ŞEKİL 3.2	4/5	4/5	4/5	4	4	4+	4/5	4	4/5	4/5	4	4	4+	4/5
YÜN	AKRİLİK	PES	NAYLON	PAMUK	ASETAT									

Çizelge 4.5. Boyama Reçete No 2'nin Yıkama ve Su Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimleri)

	YIKAMA HASLIĞI(M&S C4A)							SU HASLIĞI(C6)						
	Y	AK	PES	NY	PM	AS	Renk	Y	AK	PES	NY	PM	AS	Renk
İŞLEM GÖRMEMİŞ KUMAŞ	3/4	4-	4-	2	3	3/4	4/5	3/4	4-	4-	2	3	3/4	4/5
COLORFIX PAW (MUADİL ÜRÜN)	4	4	4/5	4	4	4/5	4/5	4	4/5	4/5	4	4	4	4/5
REÇETE 1 ŞEKİL 3.1	4/5	4/5	4/5+	4/5	4/5	4/5	4/5	4/5	5	5	4/5	4/5	4/5	4/5
REÇETE 2 ŞEKİL 3.2	4/5	4/5	4/5+	4/5	4/5	4/5	4/5	4/5	4/5	4/5+	4/5	4/5	4/5	4/5
YÜN	AKRİLİK	PES	NAYLON	PAMUK	ASETAT									

Çizelge 4.6. Boyama Reçete No 3'ün Yıkama ve Su Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimleri)

	YIKAMA HASLIĞI(M&S C4A)							SU HASLIĞI(C6)						
	Y	AK	PES	NY	PM	AS	Renk	Y	AK	PES	NY	PM	AS	Renk
İŞLEM GÖRMEMİŞ KUMAŞ	3/4	4-	4-	2	3	3/4	4/5	3/4	4-	4-	2	3	3/4	4/5
COLORFIX PAW (MUADİL ÜRÜN)	4	4	4/5	4	4	4/5	4/5	4	4/5	4/5	4	4	4	4/5
REÇETE 1 ŞEKİL 3.1	4/5	4/5	5	4/5+	4/5	4/5	4/5	4/5	4/5	5	4/5	4/5+	4/5	4/5
REÇETE 2 ŞEKİL 3.2	4/5	4/5	4/5+	4/5	4/5	4/5	4/5	4/5	4/5	4/5+	4/5	4/5	4/5	4/5
YÜN	AKRİLİK	PES	NAYLON	PAMUK	ASETAT									

4.5.4. Reaktif Yıkama İşlemi Sonrası Sürtme ve Işık Haslık Özelliklerinin İncelenmesi

Sürtme haslığı C8 Marks & Spencer standart testine göre incelenmiştir. Işık haslığı ISO 105 B02 standartlarına göre yapılmıştır. Mavi yün skala grade 5'e göre test edilmiştir.

Çizelge 4.7. Boyama Reçete No 1'in Sürtme ve Işık Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimlerinin incelenmesi)

	SÜRTME HASLIGI C8		IŞIK HASLIGI ISO 105 B02
	KURU	YAŞ	
İŞLEM GÖRMEMİŞ KUMAŞ	3/4	2/3	3/4
COLORFIX PAW (MUADİL ÜRÜN)	4	3	4
REÇETE 1 ŞEKİL 3.1	4/5	3/4+	4+
REÇETE 2 ŞEKİL 3.2	4/5	3/4	4+

Çizelge 4.8. Boyama Reçete No 2'nin Sürtme ve Işık Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimlerinin incelenmesi)

	SÜRTME HASLIGI C8		IŞIK HASLIGI ISO 105 B02
	KURU	YAŞ	
İŞLEM GÖRMEMİŞ	3/4	2/3	3/4
COLORFIX PAW	4	3	4
REÇETE 1 ŞEKİL 3.1	4/5	3/4+	4+
REÇETE 2 ŞEKİL 3.2	4/5	3/4	4+

Çizelge 4.9. Boyama Reçete No 3'ün Sürtme ve Işık Haslık Değerleri (Kirlenme ve Renk değişimlerinin incelenmesi)

	SÜRTME HASLIGI C8		IŞIK HASLIGI ISO 105 B02
	KURU	YAŞ	
İŞLEM GÖRMEMİŞ	3/4	2/3	3/4
COLORFIX PAW	4	3	4
REÇETE 1 ŞEKİL 3.1	4/5	3/4 +	4+
REÇETE 2 ŞEKİL 3.2	4/5	3/4	4+



5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Asit boyalarla boyanmış naylon elyaflarda, boyama sonrası anyonik gruplu naylon fiksator maddelerle, uygulama sonrası, haslıklar 1-2 birim yükseltilebilir.

Bu amaçla tarafımızdan sentezlenen anyonik polimer bazlı fiksator maddesinin çalışma prensibi şu şekildedir.

İyonik olarak poliamid elyafının protonlanmış amin grupları ile bağlanmakta ve elyafın yaş haslıklarını iyileştirmektedir (Yıkama haslığı, su haslığı, sürtme haslığı v.b.).

Bu kapsamda, polikarboksilik asitlerinin, sülfonat grupları ile polimerizasyon çalışmaları yapılmıştır.

Karboksilik asit türevleri olarak akrilik asit monomerlerin polimerizasyonu ve/veya kopolimerizasyonu ile, polimerizasyon da anyoniklik sağlayacak sodyum vinil sülfonat kimyasal maddesi kullanılmıştır. Karboksilik asit türevli polimer/kopolimer sentezlenmiş ve anyonik yapıda bir ürün elde edilmiştir, böylece poliamid elyafının yüzeyini kaplayacak büyüklükte ve özellikte, uygun molekül ağırlığına sahip yeni bir polimer sentezi yapılmıştır. Elde edilen bu polimer anyonik yapıdadır. Elde edilen ürünün anyoniklik değeri için partikül size cihazında zeta kontrolü ile yapılmıştır, ayrıca FT-IR cihazında oluşan polimerin peakleri kontrol edilmiştir. GPC cihazında sentezlenen ürünlerin molekül ağırlıkları test edilmiştir.

Sentez sonrası ürünün naylon boyama sonrası fiksator maddesi olarak uygulamada ki tüm özellikleri irdelenmiştir. Yıkama özellikleri ve yıkama sonrası yıkama, su, sürtme ve ışık haslıkları da gözden geçirilmiştir. Farklı boya kombinasyonları uygulanarak yapılan toplam 3 naylon boyama reçetesi uygulanarak yapılan boyama işlemi sonrası, boyalı kumaşlara akrilik asit, maleik asit ve vinil sülfonat ile yapılan polimer/terpolimer fiksator maddeleri uygulanarak normal çevreci olmayan bis fenol türevli fiksator maddesi ile kıyaslamalı olarak fikse yıkama yapılmıştır. Bis fenollü fiksator maddesi ile çevreci fiksator maddesi

kıyaslandığında, sentezlenen her iki reçetenin de bis fenol türevli maddeden daha iyi sonuçlar verdiği görülmüştür.

5.1. Çevreci fiksator maddesinin maliyete etkisi

Birim maliyeti bisfenollü fiksator maddesinden düşük maliyetli olduğundan ekstradan bir maliyet getirmeyecektir.

Onun dışında insan sağlığına olan olumsuz etkisi olmaması sebebi ile sağlığa da olumsuz katkısı olmayacağından üreticiye ekstra korunma maliyetleri getirmeyecektir. Son tüketici kullanacağı üründe kanserojen v.b. bir madde kullanılmadığından dolayı sağlıklı bir ürün kullanacak ve bu da toplum sağlığını tehdit etmeyecektir ve güvenli bir ürün olarak kullanılabilir.

Üretimi sırasında daha az tehlikeli olduğundan korunma tedbirleri ona göre alınacaktır ve depolama şartları da ona göre daha güvenli olabilecektir.

Çizelge 5.1. Maliyet Çizelgesi

	Hammadde	İşçilik	Komisyon	Satış Fiyatı
Colorfix PAW(Muadil Ürün)				\$2
Naylon Fiksatorü reçete 1	\$1,22	\$0,50	\$1,06	\$1,83
Naylon Fiksatorü reçete 2	\$0,7	\$0,75	\$1,06	\$1,5

5.2. Yıkama ve Su Haslık Özelliklerinde Sağlanan Avantaj

Yıkama haslık testi için Marks & Spencer C4A metodu ile su haslığı testi için Marks & Spencer C6 metotları uygulanmıştır.

3 farklı naylon boya kombinasyonu uygulanarak yapılan boyama sonrası, kumaşlara her 3 madde ile fikse işlemi uygulanmış ve tüm kumaşlara yıkama ve su haslıkları yapılmıştır. Tüm boyama kombinasyonlarında 1-2 birimlik haslık iyileşme sağlandığı gözlenmiştir.

Fiksator maddesi ile yapılan işlem sonrasında da kumaşa renk değişimi olup olmadığı da gri skala renk değişimi skalası ile test edilmiş ve kumaşa belirgin bir renk değişiminin olmadığı ve elde edilen fiksator maddesinin kumaş rengine olumsuz bir etkisi olmadığı görülmüştür.

5.3. Sürtme ve Işık Haslık Özelliklerinde Sağlanan Avantaj

Sürtme haslığı C8 Marks & Spencer standart testine göre incelenmiştir. Işık haslığı ISO 105 B02 standartlarına göre yapılmıştır.

3 farklı naylon boya kombinasyonu uygulanarak yapılan boyama sonrası, kumaşlara her 3 madde ile fikse işlemi uygulanmış ve tüm kumaşlara sürtme ve ışık haslıkları testleri yapılmıştır. Tüm boyama kombinasyonlarında yarım birimlik haslıkta iyileşme sağlandığı gözlenmiştir. Fiksator maddeler ışık haslığına olumsuz etki yaratabildiklerinden ışık haslıkları da test edilmiş olumsuz etkilerinin olmadığı ve yarım bir derece arası iyileşme olduğu görülmüştür.



KAYNAKLAR

- Akram,M., Ali,S., Nadeem,M., Shafeeq,A., Shahid,S. A., Ullah,I., 2012. A Study On The After Treatments of Metallised Acid Dye On Nylon 6,6 By Using Reactive Fixing Agent. Journal of Quality and Technology Management. Pakistan, Malaysia, Volume VIII, Issue 1, 29-40. Google Patent CA1148438A1.
- Akyıldız,H.I., 2011. Effect of Styrene Sulfonic Acid on Solubility of Poly Acrylic Acid-Co-Styrene Sulfonic Acid. A Thesis Submitted to the Graduate Faculty of North Carolina State University for the Degree of Master of Science, Raleigh North Carolina.
- ALFA.Bis(4-hydroxyphenyl)Sulfone,99%. <http://www.alfa.com/en/catalog/A17342>
- ANONYMOUS. Performance Features of Polymers.
- ANONYMOUS. Polimerizasyon Çeşitleri.
- Burkinshaw,S.M, Son,Y., Bide,M.J., 2001. Dyes and Pigments. 209-215.
- Chang,J.C., Olson,M.H., Muggli,I.A., 1990. Process for Providing Polyamide Materials with Stain Resistance. United States Patent 4,937,123, St.Paul Minn.
- CHEMICALBOOK.2,4'-DihydroxydiphenylSulfone.<http://www.chemicalbook.com>
- Chiao,W.B., Chaudhuri,D.K., 1984. Preparation of Low Molecular Weight Styrene Maleic Anhydride Copolymers and Sulfonated Copolymers Thereof. United States Patent 4,450,261, Bridgewater.
- Cole,H.A., Glenn,C.S., Johnson,S.G., 1995. Process for Fixing Dyes in Textile Materials. United States Patent 5,464,452, New Hope.
- Coover,W.H., Dickey,B.J., 1951. Alfa Substituted Acrylic Acids and Esters and Polymers Therefore. United States Patent Office 2,563,776, New Jersey.
- Cuisia,D.G., Hwa,C.M., 1977. Methods of Inhibiting Scale. United States Patent 4,048,066, Cincinnati Ohio.

- Çelikkan,H., 2003. Suda Çözünen Polimerler. Polimer Teknolojisi Yüksek Lisans Ders Ödevi, Ankara. Polymers Product Guide, Polysciences,Inc.
- Çökeliler,D., 2009. Polimer Kimyası. Başkent Üniversitesi Dış Hekimliği Fakültesi, Ankara.
- DHARMA TRADING CO. How acid Dyed Work. <http://www.dharmatrading.com>
- Dias,L.E., Longmire,J., Murphy,J.V., 2013. Production of Caprolactam from Adipic Acid. Google Patent WO2013126250AI, Hong Jian.
- DONGUAN KEFENG INDUSTRIAL CO.LTD. Fixing Agent in Textile Dyeing Application Analysis. <http://www.kefengshiye.com> .
- Duffield,J.L., 1968. Anionic Polymerization of Caprolactam. United States Patent Office 3,366,608, London England.
- Fitzgerald, H. P., Rao, S. N., Vinod Y., Alender, R. J., 1989. Stain Resistant Agents For Textile. United States Patent 4,883,889, Willmington.
- GAF(ISP). 1990. Reference Polymer Properties. Technical Bulletin 2302-203 SM-1290.
- Gale,D.J., 1972. Copolymers of Maleic Acid and Acrylic Acid. Unites States Patent Office, Spartunburg.
- GNOME, 2009. Know Your Dyes, What is the difference Between an Acid Dye and a Reactive Dye. <http://gnomespunyarn.com/wordpress/index.php/2009/07> .
- Greschler,I., Malone,P.C., Zinnato,P.A., 1988. Method for Producing Stain Resistant Polyamide Fibers. United States Patent 4,780,099, Willmington.
- Holfeld,T.W., Mancuso,E.D., 1994. Process for the Application of Dye Fixing Agents to Polyamide Fiber Utilizing Controlled Fixing Agent. United States Patent 5314,504, Willmington.
- Hussain,T., 2012. Dyeing Nylon with Acid Dyes. <http://www.academia.edu/2641257>.
- KYUNGIN COMPANY. Acid Dye. <http://www.kyungin.co.kr> .
- LUBRIZOLCORPORATION. Noverite K-700 Polymers. <http://www.lubrizol.com>

- Moss,H.T., Sargent,R.R., Williams,S.M., 1991. Stain Resistant Treatment for Polamide Fibers. United States Patent 5,061,763, Rome.
- Naitou,Y., Midori,K., 2001. Formaldehyde Condensate and Fiber Treatment Agent Containing It. European Patent Application EP 1096058A2.
- NICCA TEXTILE CHEMICALS. Mechanism of Action. <http://nctexchem.com> .
- Ogata,E., Ono,K., Nobuyuki,N., 1989. Process for Preparing 4,4' Dihydroxydiphenyl Sulfone Having High Purity. United States Patent 4,820,831, Japan.
- Pacifici,J.A., Sims,D.G., 1994. Method Treating Cationic Dyeable Nylon Fibers to Inhibit Cold Water Bleed. United States Patent 5,342,417, Greer.
- Persinski,J.L., Walker,L.J., Boffardi,P.B., Synergistic Scale and Corrosion Inhibiting Asmixtures Containing Carboxylic Acid Sulfonic Acid Polymers. United States Patent 4,640,793, Pittsburgh.
- POLIMER ANALÍZ LABORATUVARI(PAL). Polimer Testi ve Temel Prensipler.
- Policastro,P.P., 1986. Method for Polymerizing Lactams and Products Obtained Therefrom. United States Patent 4,599,393, Schenectady.
- PUBCHEM. 4,4' Sulfonyldiphenyl.<http://Pubchem.ncbi.nlm.nih.gov> .
- Remington,W.R., Gladding,E.K., 1950. Equilibria in the Dyeing of Nylon with Acid Dyes. <http://pubs.acs.org> Research Article.
- Saraf,M.N., 2015. Fix the Dye Fixing Problem on Textile Substrates. Sarex Technical Briefing, Issue 3, India.
- Sargent,R.R., Williams,S.M., 1993. Polyacrylic Acid Compositions for Textile Processing. United States Patent 5,212,272, Rome.
- Schubert, M.A., Myers,J.P., Randell,C.F., Thrasher, G.L.Acrylic Acid- Sodium Styrene Sulfonate Copolymer Separator Coatings for Alkaline Elektrolysis. Energizer Battery Company Article, Westlake.

- Serin,S., Avcı,H., Polat,Ö., 2013. Sequestering Agent Used in Detergents with High Calcium Binding Capacity. European Patent Application EP 2567329A1, Bursa.
- Shore, H., 1990. Colorants and Auxiliaries. Society of Dyers and Colourists, London, 600s.
- Slovinsky,M., Visek,E.K., 1983. Use of Acrylic Acid Sodium Vinyl Sulfonate Copolymers as Dispersant in Boiler Application. Google Patent CA 1148438A1.
- Tang,R.C., Chu,P., 2014. Acid and Cationic Dyeing of Nylon/Cationic Dyeable Nylon Mixture. Industria Textile,233.
- VLAB AMRITA. Determination of Viscosity Average Molecular Weight of Polymer. <http://vlab.amrita.edu>.
- Warnier,M.M.J., Wolvers P.W., 1975. Process for Preparing Granular Powdered Polyamide. United States Patent 3i909,498, Netherlends.
- Yamaguchi,S., Shioji,S., Irie,Y., Fujiwara,T., 1992. Process for Producing Acid Type Maleic Acid Polymer and Water Treating Agent and Detergent Additive Containing Said Polymer. United States Patent 5,135,677, Osaka Japan.
- Yılmaz,D., Kanık,M., 2009. Poliamid Liflerinde Meydana Gelen Kimyasal Hasarın Tespitinde Kullanılan Test Yöntemlerinin İncelenmesi. Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, Bursa, Cilt No 14, Sayı No 2, 199-206.
- Yip,J., Chan,K., Sin,K.M., Lau,K.S., 2002. Colorant Technology. Society of Dyers and Colourists.

ÖZGEÇMİŞ

01.01.1970 yılında Iğdır ili Tuzluca ilçesinde doğdum. Üç yaşında iken ailemle birlikte Adana'da yaşamaya başladık. İlk öğrenimimi İsmet İnönü İlkokulunda, orta öğrenimimi Gazi Ortaokulunda ve lise öğrenimini ise Paksoy Kız Lisesinde , Adana'da tamamladım.

1987 yılında Ortadoğu Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği bölümünü kazanıp, 1993 yılında mezun oldum. 1993-1995 yılları arasında Bahçe Başer Colgate Deterjan fabrikasında Ar-Ge bölümünde Ürün Şefi olarak çalıştım.

1 Aralık 1995 yılından beri Adana'da Eksoy Kimya fabrikasında çalışmaktayım. Şu anda Eksoy Kimya'da Ar-Ge Merkezi oluşum aşamasında, boyama ve boyalar ile ilgili birimde, Boya Ürün Geliştirme Bölüm Yöneticisi olarak görev yapmaktayım. Evliyim ve biri 16 diğeri 12 yaşlarında iki kız çocuk annesiyim.

Reaktif ve dispers boyaların kimyasal yapısı, özellikleri, boyama özellikleri ve tüm boyama prosesleri, haslık testleri ve uygulamaları, optik beyazlatıcılar ve üretimi konusunda bilgi sahibiyim. Konu ile ilgili olarak müşterilere bu konuda gereken tüm eğitimler verilmektedir. Yani müşterilere teknik destekte de bulunmaktayım. Boyama sırasında kullanılan tekstil yardımcı maddelerinin boyama proseslerine ve boyaya olan etkileri konusunda da araştırmalar yapmaktayım.

UV spektrofotometre, Colorspektrofotometre renk ölçüm cihazı, Partikül Size Analyzer ve Infrared Cihazının kullanılması konusunda yetkinimdir.

Microsoft Office, LOGO işletim sistemi, İnternette literatür araştırması konusunda da yeterli bilgiye sahibimdir.

Müzik hobilerim arasındadır ve yaklaşık 5 yıldır Adana Müzik Merkezinde yan flüt eğitimi alarak, müzik konusunda ki eğitimime de pratik ve teorik olarak devam etmekteyim.

Yabancı dil olarak İngilizce bilmekteyim.